Master's Thesis / 修士論文

塑性加工による超平滑面の創成

戸田, 耕平

三重大学, 2007.

三重大学大学院工学研究科博士前期課程物理工学専攻

http://hdl.handle.net/10076/8993

塑性加工による超平滑面の創成

平成18年度

三重大学大学院工学研究科 博士前期課程 物理工学専政

戸田耕平

塑性加工による超平滑面の創成

指導教員 松井 正仁 助教授

中村 裕一 助教授

村井 健一 技術専門員

三重大学大学院 工学研究科 博士前期課程 物理工学専攻 ナノプロセッシング研究室

戸田 耕平



記号

A:面積測度を持つ物理量

A₄:試験片の見かけ上の接触面積

A_P:剥離領域の総面積

As: 試験片の面積

Az: 零点集合要素面積

A_k:複素フーリエ係数の実部

B_k:複素フーリエ係数の虚部

Dz: 零点集合法によるフラクタル次元

D_{PS}:パワースペクトル法によるフラクタル次元

L:長さ測度を持つ物理量

 $L_{\rm Z}$:零点集合要素周囲長

Ls: 相対すべり量

N:離散信号のデータ数

 P_{MAX} : 最終荷重 p_{mean} : 平均面圧

Rz: 最大高さ粗さ

R_{Ze}: AFM 断面曲線における最大と最小の差 (最大高さ粗さ相当値)

SR:走查範囲

S_P:パワースペクトル密度

V: 体積測度を持つ物理量

X: D 次元測度を持つ物理量

 X_k :複素フーリエ係数

 e_c : 圧縮率

t₀:試験片初期板厚

t:試験片板厚

 x_n :離散記号

α:ゼロ点集合次元の近似直線の勾配

β:パワースペクトル次元の近似直線の勾配

γ:剥離面積率

 δ : ゼロ点集合次元の相対カット量

λ:波長

μ:摩擦係数

目次

第	1	章	緒	箭 輪	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	1
第	2	章	実	験	方	法		•	•	•		•			•				•	•						•	•						3
	2.	1	供記	材	お	ょ	び	試	験	片		•	•	•	•	•	•	•	•			•	•	•	•	•		•	•	•	•	•	3
	2.:	2	工具	Ļの	製	作	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	6
	2.:	3	圧縮	絬詺	験	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	12
		2.3	3.1	圧	縮	試具	険	装计	置	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	12
		2.3	3.2	圧	縮	試具	験:	条亻	件	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	14
		2.3	3.3	圧	縮	試具	験	手丿	順	•	•	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	14
	2.	4	表面	百粗	と	計	に	ょ	る	評	価	方	法	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	15
	2.	5	AFN	M l	こよ	、る	番	見祭	夫	7 注	<u> </u>	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	17
		2.5	5.1	装	置	ا ح	京:	理	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	17
		2.5	5.2	観	察	手川	順	۽ ح	条 ⁻	件	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	19
第	3	章	圧	籍	加	エ	に	ょ	る	平	<u> </u>	計化	乙草	卢重	助	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	22
	3.	1	丹釗	司((223	00) O.	圧	三斜	音力	בם	C K	_]	にる	5 <u>-</u>	区省	骨亻	匕刍	纟 重	h	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	22
		3.1	1.1	圧	縮	試	験	に	ょ	る	変	形	抵	抗	曲	線	の	測	定	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	22
		3.1	1.2	圧	縮	率	: ح	表	面	粗	さ	の	関	倸	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	22
		3.1	1.3	各	測	定值	箇	所	に	お	け	る	表	面	粗	さ	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	23
	3.	2	ア	ル	₹ :	= 1	ウ	ム	引	抜	き	木	才(A 1	105	50E	3D	-H	14) 0) E	Εź	縮	加	エ	に	ょ	Z) <u>J</u>	区 i	骨	化	挙
			動		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	27
		3.2	2.1	圧	縮	試	験	に	ょ	る	変	形	抵	抗	曲	線	の	測	定	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	27
		3.2	2.2	圧	縮	率	: ح	表	面	粗	さ	の	関	係	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	27
		3.2	2.3	各	測	定〔	筃	所	に	お	け	る	表	面	粗	さ	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	28
	3.	3	ア	ル	₹ :	= !	ウ	ム	焼	な	ま	: 1	_ 柞	オ ((A	105	501	3D	-O) 0	D J	E i	縮	加	エ	に	ょ	る) <u>z</u>	区	滑	化	挙
			動		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	31
		3.3	3.1	圧	縮	試!	験	に	ょ	る	変	形	抵	抗	曲	線	の	測	定	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	3 1
		3.3	3.2	圧	縮	率	٤	表	面	粗	さ	の	関	係	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	31
		3.1	3.3	各	測	定位	餢	所	に	お	け	る	表	面	粗	*							•										32

	3.4	\Box	_具	. 表	面	の	力		ボ	ン	膜	剥	離	面	積	率	の	測	定	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	35	
	3.5	桂	了限	要	素	法	(FI	EΝ	1)\$	解相	折	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	38	
	3.6	4	こ 章	か	ま	ع	め						•					•	•	•	•			•	•	•						•	46	
第	,4章	Ĺ	加	エ	品	表	面	の	フ	゙ヺ	ゥゥ	タ	' <i>八</i>	ヶ角	军村	F	•										•						48	
	4.1	7	ァラ	ク	タ	ル	の	説	明																								48	
	4.2	-	7 ラ	・ク	タ	ル	次	元	の	決	定	法				•		•	•			•				•	•	•		•			49	
		2.		零																														
				 パ																														
	4.3			1 i																														
		3.		零零																														
				かパ																														
	4.4			〔集 ·																														
	4.5			<i>,</i>							兀	D	ps	<i>ا</i> ت	T	る	川	⊥.	ᄪ	衣	囬	0)	脌	朳										
	4.6	Z	マ 草	ŧの	ま	ط	X)	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	68	
第	55章	£	紀	論	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	٠	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	69	
譲	辞・	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	70	
参	考文	前		•	•		•	•	•		•	•		•	•	•		•	•	•	•	•		•	•		•	•	•				71	

第1章 緒論

ナノテクノロジーという言葉が生み出されてから 30 年以上が経ち、ナノテクノロジーという言葉が広く一般に認知されるにしたがい、工業や医療など幅広い分野での応用が期待されている。そして、素材、IT、バイオなどの分野で研究・開発が行われナノテクを謳った製品も見受けられるようになってきた。それに伴い工業製品や部品の小型化、高精度化が進み、ナノメートルオーダーでの加工を行うための高精度かつ高品位な超平滑面の需要が高まっている。現在、ナノメートルオーダーでの微細な加工を行うための手法としてはリソグラフィが一般的ではあるが、加工を行う素材としては主に高分子材料やガラスに限られており、今日の機械部品の材料として一般的に用いられている金属を素材とした微細加工の研究はまだ十分ではない。また、これまで金属表面の平滑化に関する研究は、近藤ら(1)の単結晶ダイヤモンド工具を用いた軟質金属の超精密切削加工による仕上げ加工の研究、尹ら(2)の磁気研磨加工のマグネシウム合金への適用性についての検討等がされている。

一方,金属の加工法には鋳造,溶接,切削加工,塑性加工などがあるが中でも塑性加工は材料の歩留り,省資源,生産速度,材質改善性,加工精度等の点で利点があり,素材から最終製品の製造に至るまでの広い範囲にわたって極めて重要な役割を果たしており,塑性加工を用いた平滑化では池ら⁽³⁾の銅試験片に対して平滑に仕上げた工具を摺動させることで平滑化を行う研究,王ら⁽⁴⁾のアルミニウム円筒にしごき加工を加えることによる平滑化を行う研究,中村ら⁽⁵⁾のアルミニウム試験片を圧縮試験した時の面圧と相対すべり量の表面平滑化に対する影響を調査した研究,河合ら⁽⁶⁾のアルミニウム円筒に円筒内面からしごき加工を加えることによる外表面の平滑化を行う研究,村岡ら⁽⁷⁾の引抜き加工での表面平滑化と残留応力の低減化の研究等がされているが,ナノスケールまで立ち入った研究は少ない.そこで,金属を素材とし塑性加工を用いて微細な機械部品や超平滑面を製作することが出来れば,コストの削減や生産速度の向上などで生産性を改善することができ,今後の工業の発展に大いに役立つものと思われる.

そこで、これまでにナノプロセッシング研究室では、金属の塑性加工によるナノテクノロジー技術を開発することを最終目的とし、服部 $^{(8)}$ は塑性変形によって創成される鍛造品のナノ表面特性に関する研究を行った。大野 $^{(9)}$ は平滑度を改善した工具を用いて、アルミニウムおよび無酸素銅の単軸圧縮加工による超平滑面の創成を行った。創成される試験片表面の最大高さ粗さ R_Z にも影響を与える工具表面の仕上げ方法の改善を行い、より平滑な表面を持つ工具を製作し、工具表面に近い平滑度の表面を持つ試験片の創成を行った。そして、創成された試験片の平滑度について調査、フラクタルの理論を用いた工具、試験片表面の凹凸形状の評価、コンピュータシミュレーションによる表面の凹凸形状の再現等も行った。井川 $^{(10)}$ は無酸素銅における相対すべり量と平滑化の検討、および丹銅の圧縮加工における平滑化現象の検討を行った。

これまでに行ってきた実験結果より、圧縮率が 20%以上であれば工具表面とほぼ同等の平滑度が得られることが分かった。そこで、本研究では、超平滑面創成挙動に及ぼす因子の一つである材料流動量の違いによる平滑化への影響を調査するために、試験片形状を帯板状から円板状に変更して単軸圧縮試験を行った。そして、圧縮前後の試験片表面の R_Z と原子間力顕微鏡(AFM)の結果から粗さの観点からの評価を行い、有限要素法(FEM)を用

いて工具と材料間の相対すべり量を求め、相対すべり量と平滑度の関係の検討を行った. また、フラクタル次元を求めることにより表面の凹凸形状を複雑さの観点からの評価も行った.

本報では以上の実験と調査の結果について報告する.

第2章 実験方法

本研究では、丹銅の円板試験片、アルミニウム引抜き材の円板試験片、アルミニウム焼なまし材の円板試験片を用いた圧縮試験を行い、超平滑面創成挙動に及ぼす因子の一つである材料流動量の違いによる平滑化への影響を調査した。そして、圧縮試験前後の試験片表面を表面粗さ計、AFMを用いて評価を行った。

本章では、実験方法および解析の具体的手順について以下に詳細を述べる.

2.1 供試材および試験片の作成

本実験には供試材として平均結晶粒径を $10\mu m$ に調整した丹銅(C2300), アルミニウム引抜き材(A1050BD-H14)を用いた.

丹銅は直径 10mm の棒材より,直径 7mm,高さ 7mm の円筒を旋削し,マイクロソー(笠井商工株式会社製,RCA-005)を用いて板厚が 0.9mm になるように切断し,#1500 のサンドペーパーで圧縮表面を研磨して板厚を 0.8mm として試験片とした.Fig.2.1 に試験片の寸法を示す.

アルミニウム引抜き材は直径 15mm の棒材より,直径 7mm,高さ 10mm の円筒を旋削し,マイクロソー(笠井商工株式会社製,RCA-005)を用いて板厚が 1mm になるように切断し、#1500 のサンドペーパーと粒径 $3\mu m$ のアルミナを砥粒としたナイロンバフで圧縮表面を研磨して板厚を 0.8mm として試験片とした。また、アルミニウム引抜き材試験片に焼なまし処理を行いアルミニウム焼なまし材試験片とした。焼なまし処理は、アルミニウム引抜き材試験片をアルミホイルで包み、カンタル坩堝炉(東海高熱工業株式会社製)を用いて 360° 以上に保温した状態で 1 時間加熱し、その後室温で冷却した。

丹銅試験片の圧縮表面の最大高さ粗さ R_Z は 0.2μm であった. Table.2.1 に化学成分を示す. Fig.2.2 に試験片初期表面の AFM 像の例を示す.

アルミニウム試験片の圧縮表面の最大高さ粗さ R_Z は $0.4\mu m$ であった. Table.2.2 に化学成分を示す.Fig.2.3 に試験片初期表面の AFM 像の例を示す. Fig.2.4 にアルミニウム焼なまし材の試験片初期表面の AFM 像の例を示す.

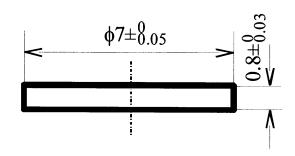
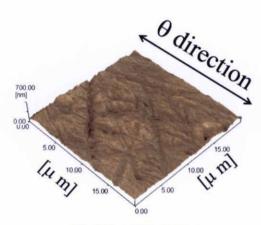


Fig.2.1 試験片の寸法

Table.2.1 丹銅 (C2300) の化学成分

Material	Cu / %	Fe / %	Zn / %
C2300	84.4	_	Bal.



20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

(a)3 次元像

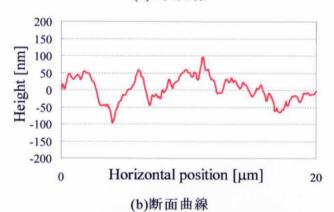
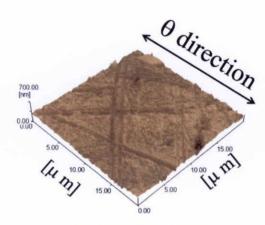


Fig.2.2 試験片初期表面の AFM 像の例 (丹銅試験片, e_c=0%, SR=20μm)

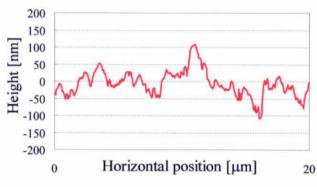
Table.2.2 アルミニウム引抜き材(A1050BD-H14)の化学成分

Material	Cu/%	Si / %	Fe / %	Mn / %	Mg / %	Zn / %	Cr / %	Ti/%	A1/%
A1050-BD	0.01	0.09	0.12	0.00	0.00	0.01	0.01	0.02	99.74



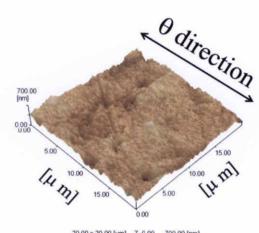
20 00 x 20 00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

(a)3 次元像



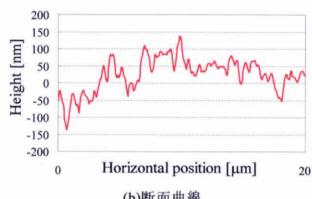
(b)断面曲線

Fig.2.3 試験片初期表面の AFM 像の例 $(アルミニウム引抜き材試験片, e_c=0\%, SR=20\mu m)$



20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

(a)3 次元像

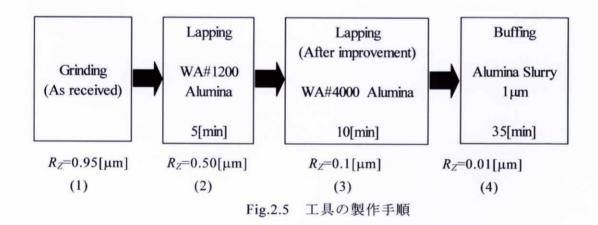


(b)断面曲線

Fig.2.4 試験片初期表面の AFM 像の例 $(アルミニウム焼なまし材試験片, e_c=0\%, SR=20\mu m)$

2.2 工具の製作

Fig.2.5 に工具の製作手順と各工程終了後の Rz の目安を示す.



以下のようにして工具を製作した.

(1)研磨前:工具の製作はオネストン株式会社に依頼した. Fig.2.6 に工具の寸法を示す. 工 具は SKD11 鋼, 焼き入れ硬さ HRC60~62 であり, 納入時には表面に研削を施した状態 であった. このときの工具表面の最大高さ粗さは Rz=0.95[μm]である.

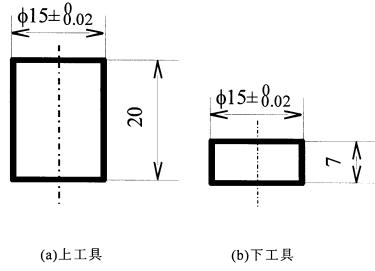


Fig.2.6 工具の寸法

- (2)ラッピング(WA#1200): WA#1200 のアルミナ砥粒を用いてラップ加工を行う. エタノールで脱脂した WA#1200 用の定盤の上に研磨砥粒である WA#1200 のアルミナ(株式会社フジミインコーポレーテッド製)と研磨液である洗油を 1 対 10 程度の割合で供給し、指でよく混ぜ薄く伸ばして均一に広げる. そして、エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 5 分程度研磨する. ただし、工具表面を均一に研磨するために工具をときどき回転させる. また、工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので、定盤上になるべくほこり等が付かないように注意する. 研磨後、工具をエタノールで脱脂する. 研磨後、Rz=0.50[μm]程度になっているようにする.
- (3) ラッピング(WA#4000): WA#4000 のアルミナ砥粒を用いてラップ加工を行う.まず, エタノールで脱脂した WA#4000 用の定盤の上に研磨砥粒である WA#4000 のアルミナ (株式会社フジミインコーポレーテッド製)をごく少量のせ, 研磨液であるスピンドル油を指先につけ, お互いを指でよく混ぜ薄く伸ばし均一に広げる. そして, エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 5 分程度研磨する. 定盤上のスピンドル油の油膜が薄くなると工具表面と定盤が直接接触することによって, 工具表面に傷ができる原因になるので, 新たにスピンドル油を少量付け足し油膜の面積が 3 倍程度になるように薄く伸ばしてから再び約 5 分間研磨を行う. ただし, 工具表面を均一に研磨するために工具をときどき回転させる. また, 工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので,定盤上になるべくほこり等が付かないように注意する. 研磨後, 工具をエタノールで脱脂し,表面粗さ計により Rz=0.10[μm]以下になっていることを確認する.
- (4)バフ研磨: Fig.2.7 にバフ研磨の作業手順を示す. 砥粒径 $1[\mu m]$ のアルミナスラリー (株式会社マルトー製)を使用しバフ研磨を行った. まず, 高さ 7[mm]の WA#4000 工具と高さ 20[mm]の WA#4000 工具を Fig.2.8(a)(b)のように治具に取り付け, 傾かないように上からも治具で押さえねじで固定する. それを Fig.2.9 のようにホルダの 3 カ所に取り付ける、取り付ける際には、一度に 1 カ所の工具のねじを締めるのではなく、3 カ所を少

しずつ締める. また、1 つの工具に上下 2 カ所のねじで固定するが、下のねじを固く締め、上のねじの締め方で工具の傾きを調整すると良い. ただし、あまりゆるく締めると研磨中に工具がはずれてしまうので固く締める. 最後に Fig.2.10 のようにプレートを逆さまにしてその上にホルダを置き、真横からの目視することで、3 つの工具の表面が傾いて接していないか確認する. 次に、ドクターラップ(MARUTO 製、ML-180)のシート(KULZER 製、MM431)に精製水をかけ、研磨剤のアルミナスラリーと精製水を 1 対 5 の割合で混ぜた物を少量シートにかける. シートの上にホルダを静かに置き、スピードの設定を 30 にしてドクターラップのスイッチを入れる. この時、3 つの工具が水平接着していれば、ホルダはゆっくり滑らかに回転する.回転して 1 分ほどしたら精製水をかけ、5 分後に精製水で研磨剤を洗い流す. そして、また研磨剤をかけ、2,3 分おきに精製水を足し 15 分研磨する. 15 分間研磨をしたら再び精製水で研磨剤を洗い流し、2,3 分おきに精製水をかけながら 15 分間精製水だけで研磨を行う. 終わったら工具表面を精製水で洗浄し、表面全体が均等に研磨されている工具のみをエタノールで脱脂し、表面粗さ計で測定し R_Z =0.01[μ m]となっていれば完成である. ドクターラップは使い終わったら精製水で研磨剤を洗い流して蓋をしておく.

研磨後工具の外観を Fig.2.11 に示す. 工具表面の AFM 像を Fig.2.12 に示す. 工具表面の断面曲線を Fig.2.13 に示す. 工具を治具に取り付け、ホルダにセットする



ドクターラップに研磨剤をかけ5分研磨 1分後に精製水をかける



精製水で研磨剤をあらい流す



研磨剤をかけ15分間研磨 2,3分おきに精製水を加える



精製水で研磨剤をあらい流す

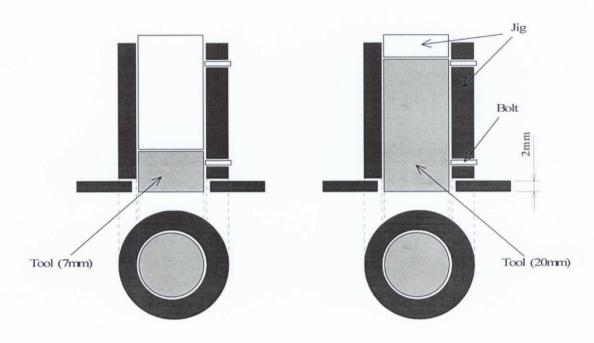


2,3分おきに精製水を加えながら 精製水のみで15分研磨



エタノールで脱脂 R_Z=0.01[μm]にする

Fig.2.7 バフ研磨の作業手順



(a) 高さ 7mm の WA#4000 工具 (b) 高さ 20mm の WA#4000 工具

Fig.2.8 治具への工具の設置方法

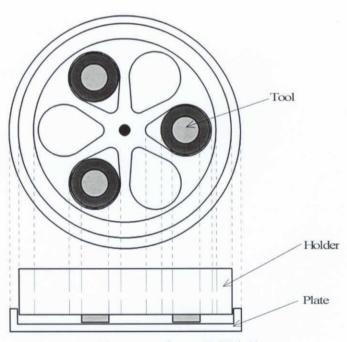


Fig.2.9 工具のホルダへの設置方法

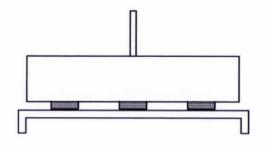
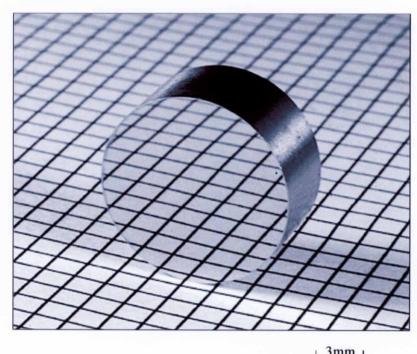
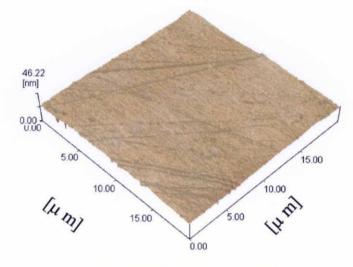


Fig.2.10 目視の方法





20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 46.22 [nm]

Fig.2.12 工具表面の AFM 像 (バフ研磨, 砥粒径 1[μm])

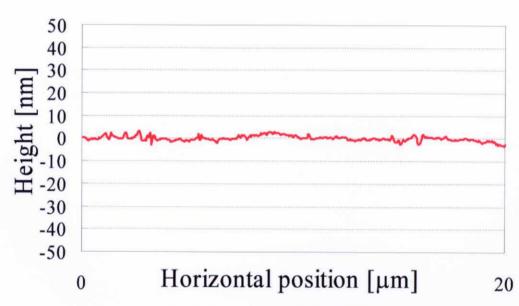


Fig.2.13 工具表面の断面曲線 (バフ研磨, 砥粒径 1[μm])

2.3 圧縮試験

2.3.1 圧縮試験装置

圧縮試験における加圧装置には、万能試験機(島津製作所製, REH-50型)を使用した. Fig.2.14に圧縮試験装置の外観を示す.この試験機は、最大圧縮荷重として 490, 245, 98, 49, 24.5, 9.8[kN]の 6 段階のレンジがあり、最大で 490[kN]の負荷が可能である.また、圧縮板の最大間隔は 800[mm]、圧縮荷重の最小目盛は各々の 1000 分の 1 となっており、圧

縮速度は $0\sim80[mm/min]$ の間で調節可能である. 圧縮工具には、直径 15[mm]高さ 7[mm]の円柱を下工具に、直径 15[mm]高さ 20[mm]の円柱を上工具として用意し、それを Fig.2.15に示すようにダイセット(双葉電子工業製)に設置した.



Fig.2.14 万能試験機(島津製作所製, REH-50型)

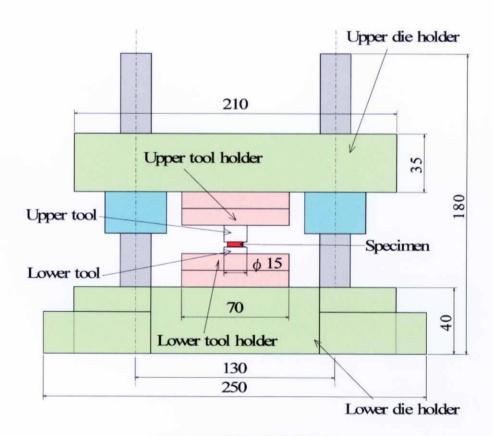


Fig.2.15 圧縮工具の概略図

2.3.2 圧縮試験条件

本研究では、ひずみによる影響を調べるため、圧縮率 e_c を変化させて実験を行った。 e_c の算出は以下の式から行うとする。 $(t_0: 試験片初期板厚, t: 圧縮後試験片板厚)$

$$e_c = \frac{t_0 - t}{t_0} \times 100$$
 (%) (2.1)

ひずみ速度は 2[mm/min]で行った.

また、圧縮中の荷重と変位の変化を知るために万能試験機と変位測定器(ONO SOKKI 製 LINEAR GAUGE SENSOR GS-112)に接続したデジタルゲージ(ONO SOKKI 製 DIGITAL-ANALOG OUT GAUGE DG-450)をレコーダー(NEC 製オムニエース II RA1200)につなぎ、出力される電圧を記録した。そして、出力された電圧と荷重、変位量の校正を行った。

その結果,荷重については

98[kN]レンジの場合:荷重値[N]=991.96×出力電圧[mV]-4478.8

49[kN]レンジの場合:荷重値[N]=489.4×出力電圧[mV]-1934.03

24.5[kN]レンジの場合:荷重値[N]=243.97×出力電圧[mV]-931.22

変位については変位値[mm]=0.098×出力電圧[V]

の関係が得られた.

2.3.3 圧縮試験手順

圧縮試験の実験手順を以下に説明する.全ての実験はこの手順に準じて行った.

- (1)エタノールによって脱脂した工具表面にカーボン蒸着を行う. カーボン蒸着は真空蒸着 用カーボン(日新 EM 株式会社 ϕ 5×100mm)を真空蒸着装置(明石製作所製)を用いて真 空蒸着し、蒸着時間は 20~30 秒とした.
- (2)表面の汚れやほこりなどを除去するためにエタノールを洗浄剤として試験片の超音波 洗浄を3分間行う.
- (3)超音波洗浄後、圧縮工具、試験片をダイセットに取り付ける.
- (4)圧縮を行う万能試験機の電源を入れ実験前に約2分慣らし運転をする.これは試験機に 油の循環をさせるためである.
- (5)組み付けの完了したダイセットを万能試験機に設置する.変位測定機を設置する. 万能試験機に荷重値出力用のコードをつなぎ、レコーダーに接続する.変位測定器のデジタルゲージもレコーダーに接続する
- (6)徐々にスピードを遅くして接触する直前になったら速度を 2[mm / min]とし、試験片と 上側工具の間隔を数mm程度まで接近させる. レコーダーの記録を開始する.
- (7)そのまま 2[mm / min]で下降させながら、指針が動き始めた時点で変位測定機の値を 0 にする.
- (8)圧縮速度 2[mm / min]で圧縮し、変位測定機の変位より板厚を推測し目標点まで圧縮する. 圧縮終了後に圧縮試験機より荷重の値を、変位測定機より変位の値を記録する. Table.2.3 に本研究での目標点の一覧を示す.

- (9)圧縮試験後,試験片の弾性変形部分を考慮し,急激な除荷を避けるために無負荷の状態に達するまで 2[mm/min]で万能試験機の圧縮部分を上昇させる. レコーダーの記録を終了する.
- (10)無負荷の状態に達したら、さらに上昇させる.
- (11)完全に上昇が完了してから万能試験機よりダイセットを取り外して試験片を取り出す. この際に,試験片の裏表が分かるようにする.また,試験片,工具ともに表面状態が変 わらないように注意する.
- (12)試験片表面に付着した潤滑剤等を除去するために再びエタノールで超音波洗浄を行う.
- (13)実験後試験片は板厚を測定し、初期板厚 t_0 より圧縮率 e_c を求める.
 - レコーダーの記録より荷重 変位の関係を求める.
- (14)その後, 試験片は AFM で観察を行う.
- (15)表面粗さ計(TAYLOR-HOBSON 製 Talysurf 10)で粗さ計測をする.
- (16)観察終了後は空気中の水分が表面へ付着することを防ぐために工具および試験片はデシケータ内に保存する.

e c [%]	C2300 [mm]	A1050BD-H14 [mm]	A1050BD-O [mm]
10	0.3	0.17	0.2
20	0.4	0.3	0.3
30	_	_	0.38

Table.2.3 圧縮試験での変位測定機の目標変位量

2.4 表面粗さ計による評価方法

本節では最大高さ粗さ R_Z の測定方法について説明する。表面粗さ測定装置 Talysurf 10 (Taylor-Hobson 社製)の外観を Fig.2.16 に示す。触針式表面粗さ計は Fig.2.17 に示すように 先端半径 $2\sim10$ [μ m]程度の触針で表面を直接トレースし,その触針の上下を差動トランスなどで電気的な信号に変換し,出力するものである。本研究では,まず,エタノールで脱脂した試料を Talysurf 10 にセットし,Stylus が試料表面を水平に走査するように調整する。なお, V_v (Vertical Magnification)は \times 50000, V_h (Horizontal Magnification)は \times 100 に設定して測定した。測定の際,粗さ曲線がなるべく記録用紙に平行に記録されるように注意する。次に,表面粗さが記録された記録用紙から Fig.2.18 のようにして R_Z を測定した。最大高さ粗さ R_Z とは,粗さ曲線からその平均線の方向に基準長さ L だけを抜き取り,この抜き取り部分の山頂線と谷底線との間隔を粗さ曲線の縦倍率の方向に測定し,この値をマイクロメートルで表したものをいう。



Fig.2.16 Talysurf 10 の外観

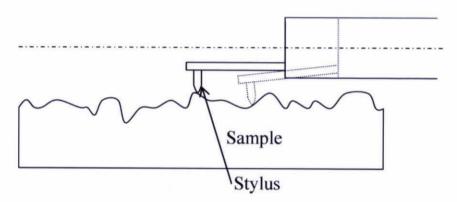


Fig.2.17 表面粗さ計の原理図

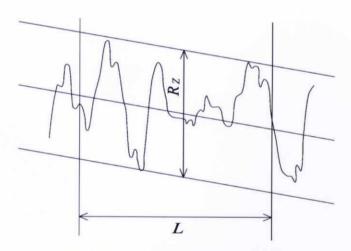


Fig.2.18 粗さ曲線の R_Z の求め方

2.5 AFM による観察方法(11)

2.5.1 装置と原理

SPM(Scanning Probe Microscope)装置とその周辺システムの外観写真を Fig.2.19 に示す. これらは本体 SPM9500J3 (島津製作所製), ホストコンピュータ (DELL 製 OPTIPLEX GX-150),カラーディスプレイモニター (MITSUBISHI 製 RD17GX II),除振台 (MEIRITSU 製 AZ-S) から構成されている.

装置は大別すると、SPM ユニット、制御ユニットおよびデータ処理系から構成される. SPM ユニットは、試料を三次元に動作させるピエゾスキャナ、試料表面の凹凸を検知するカンチレバーならびに光てこ検出部、AFM ヘッドを試料表面に対して大きく上下させる Z軸駆動部および除振機構から構成される. また、制御ユニットはスキャンコントローラ (X,Y,Z軸出力)、フィードバックコントローラ (DSPによるデジタルフィードバック方式)、および制御コンピュータにより、スキャナの装着した試料を走査・フィードバック制御し、測定データを収集する. その測定データなどは、通信インターフェースを通してデータ処理系へ渡される. そしてデータ処理系は通信インターフェースを介して制御ユニットからの測定データをホストコンピュータに取り込み、リアルタイムでモニタに表示する. また、測定データは、ホストコンピュータにおいて画像表示、画像処理および画像解析を行うことが可能である.

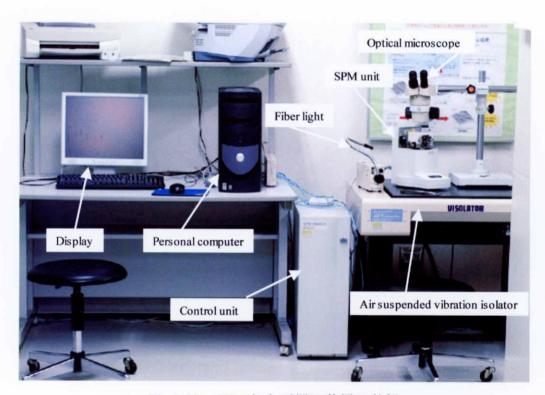


Fig.2.19 SPM および周辺装置の外観

SPM-9500J3 の主な仕様は、以下の通りである.

- ・最大走査範囲 (X・Y) : 30[μm]×30[μm]
- ・最大測定範囲(Z):5[μm]
- ・変位検出系:LD/光てこ/4 分割 PSD
- ・試料最大形状: Φ24[mm]×8[mm]
- ・制御方法:Digital-Signal-Processor(DSP)によるデジタル方式
- ・画像処理:傾斜補正,ノイズライン除去,局所フィルター,周波数フィルター,画像拡大,画像反転,画像回転など
- ・画像解析:断面形状解析,線粗さ解析,表面粗さ解析,パワースペクトル解析,自 己相関解析,フラクタル解析など
- · 画像表示:濃淡画像表示, (測長可能), 三次元表示 (Solid, Height, Lines, Mesh) 等

また, SPM 観察に用いたカンチレバーは OLIMPUS 製の Micro cantilever である. 微小構造体材料として優れた特性を示すことで,広く用いられている.

Micro Cantilever の主な仕様を以下に示す.

- ・製品名:OMCL-TR800PSA-1
- 材質:窒化シリコン(SiN)

本研究で使用した SPM では、高倍率での試料表面の凹凸像が得られる AFM (Atomic Force Microscope) コンタクトモード、AFM ダイナミックモード、STM モード、または表面走査 時の水平力が得られる LFM モードがあるが、本研究では、AFM コンタクトモード(カンチレバー接触式)を使用して試料表面の観察と解析を行った.

AFM は、試料表面にカンチレバーを接近させ、試料表面とカンチレバーとの間に働く原子間力を検出することによって、試料表面の形状を観察する装置である。一般に、物質表面間ではファンデルワールス力、クーロン力などの原子間力が働いている。カンチレバーは、Fig.2.20 に示すような微少な構造体であり、半導体プロセスを用いて生成されている。このカンチレバーを試料表面に近づけると、試料との間で働く原子間力によって Fig.2.21 に点線で示すようにカンチレバーがたわむ。このわずかな変位は、離れた位置で検出することにより拡大される。実際の装置では、半導体レーザからのレーザ光をカンチレバー背面で反射させ、その反射光の位置移動をカンチレバーから離れた位置に配置された分割型フォトダイオードで検出する。この検出法は光てこ検出法と呼ばれ、AFM の測定にもっとも多く用いられる検出方法である。

このようにカンチレバーと試料表面間で働く局所的な力を,カンチレバーのたわみとして検出し,この力を一定に保つように探針ー試料間の距離を制御しながら試料表面に沿って走査し,この制御量を試料表面像として画像化する.

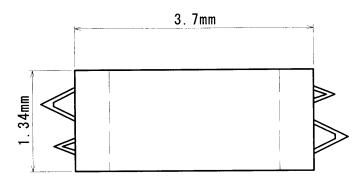


Fig.2.20 カンチレバーの外形図

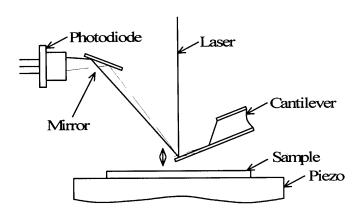


Fig.2.21 光てこ検出法

2.5.2 観察手順と条件

本研究では,以下のような手順で試料を観察した.

- (1) 制御ユニットとパーソナルコンピュータの電源を入れ装置を起動する. SPM manager を起動する.
- (2) AFM ヘッド部両側面にあるクランプレバーをゆるめ, AFM ヘッド部全体を少し持ち上 げ後方に移動させると試料ホルダを装着するスキャナ上面が露出する. そこヘピンセッ トを用いて試料ホルダを装着する.
- (3) レーザスポットをカンチレバー先端へ移動させ、フォトダイオード位置を 調整する.
- (4) 観察条件として, 走査範囲, 走査速度, 画素数, Z レンジ, オペレーティングポイント, P ゲイン, I ゲイン, 走査モードを Table 2.4 のように設定する.
- (5) 次に高速アプローチを行い、カンチレバーを試料ホルダに近づける. 続いて精密アプローチを行う. 精密アプローチが終了すると走査が始まり、オンラインアプリケーション画面上に画像データが表示される.
- (6) 続けて観察する場合は手順(4)と(5)の操作を繰り返し、AFM 画像を得る.
- (7) 作業が終了したらカンチレバーを上昇させ試料を取り出す.

Table 2.4 AFM の観察条件

Material	Tool	C2300	A1050BD						
SR	20mm	20mm	20mm						
Z range	×8	×2	×4						
Scanning rate		2Hz							
Number of pixels	512×512								
Operating point	1								
P gain	10								
I gain	0.01								
Scanning mode	Contact mode								

工具および試験片表面は圧縮試験前後に AFM 観察を行った. AFM の走査範囲 SR は $20[\mu m] \times 20[\mu m]$ ($SR=20[\mu m]$) とした. 画像の解像度は最大 512×512 画素で出力される. 試験片は工具と材料の相対すべり量による平滑化挙動の影響を調べるため,圧縮試験後の表面の半径 r=0, 1, 2, 3 mm の 4 箇所において AFM による測定を行った. AFM により表面観察を行う場所を Fig.2.22 に示す.

また、AFM による測定結果の最大高さ粗さに対応する値として Fig.2.23 に示すように各走査範囲で得られる断面曲線の最大と最小の差を最大高さ粗さ相当値 R_{Ze} とした.これは、最大高さ粗さ R_Z に相当するもので、局所的かつ微視的な部分での粗さ評価に適していると考えられる.そして、 R_Z と併用し、 $SR=20[\mu m]$ における R_{Ze} による表面の評価を行った.材料流動の影響を調べるため、各測定位置において Fig.2.22 に示すように r 方向(半径方向)と θ 方向(r 方向に直角な方向)の R_{Ze} を測定した.

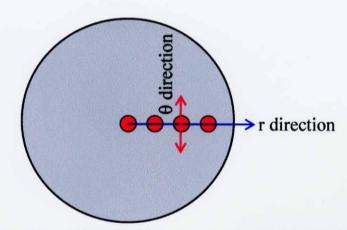


Fig.2.22 圧縮後試験片において AFM 観察を行う場所

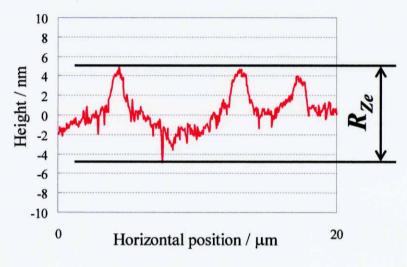


Fig.2.23 R_{Ze}の定義

第3章 圧縮加工による平滑化挙動

本章では、圧縮加工によって超平滑な表面を持った加工品を創成することを目的とし、表面の最大高さ粗さ $R_z = 10$ [nm]である工具を用いて丹銅、アルミニウム引抜き材およびその焼なまし材の圧縮試験を行った.そして、表面粗さ計を用いて圧縮試験前後の試験片表面の最大高さ粗さ R_Z を測定した.また、AFM を用いて圧縮試験前後の試験片表面の観察を行った.これらの実験と観察を通して平滑面の創成挙動について検討した.

3.1 丹銅(C2300)の圧縮加工による平滑化挙動

3.1.1 圧縮試験による変形抵抗曲線の測定

供試材より直径 $10 \, \text{mm}$,高さ $10 \, \text{mm}$ の円柱を旋削により作成した.そして,最大高さ粗 さ $R_Z = 0.1 \, \mu \text{m}$ の工具を用い万能試験機を用いて圧縮試験を行った.潤滑には白色ワセリンを塗布したテフロン膜(公称膜厚 $50 \, \mu \text{m}$)を用い,数%圧縮するたびに測定および潤滑を行った.約 $50 \, \text{% E}$ 縮後,旋削により $\phi \, \text{5mm}$,高さ $5 \, \text{mm}$ に仕上げ,圧縮試験を続けた.Fig.3.1 に得られた丹銅の変形抵抗曲線を示す.

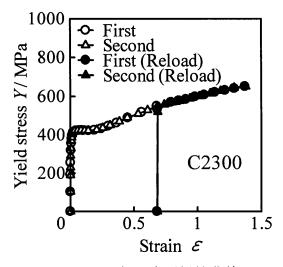


Fig.3.1 丹銅の変形抵抗曲線

3.1.2 圧縮率と表面粗さの関係

Fig.3.2 に圧縮試験前後の試験片の外観を示す. 図より, 圧縮により表面が鏡面状になったことが分かる.

次に、表面粗さ計を用いて圧縮試験前後の工具表面および試験片表面の R_Z を測定した. Fig.3.3 に最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係を示す. 図より、圧縮することで試験片表面の R_Z の値が小さくなり、工具表面の R_Z の値に近づくことが分かる. しかし、 e_c の値が 13% 以降は R_Z の値はほとんど変化せず、20%になっても試験片の R_Z の値が工具の R_Z の値まで 到達するには至っていない. 最も平滑化されたところで R_Z =72nm であった(e_c =19%).

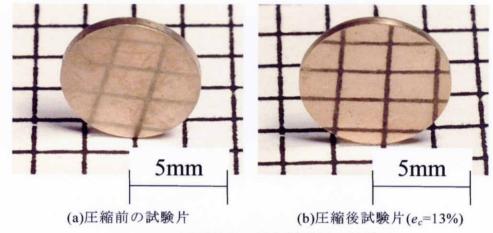


Fig.3.2 圧縮前後の丹銅試験片の外観

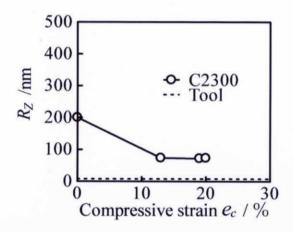


Fig.3.3 最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(丹銅試験片)

3.1.3 各測定箇所における表面粗さ

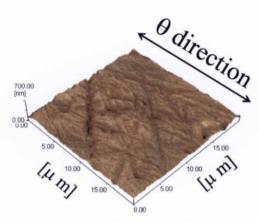
次に、AFM を用いて試験片の局所的な観察を行った結果を述べる。圧縮後試験片は Fig.2.22 で示したように試験片表面の半径 r=0, 1, 2, 3 mm の 4 箇所において AFM による観察を行った。Fig.3.4 に初期表面の AFM 像を示す。Fig.3.5 に $e_c=13\%$ の AFM 像を示す。全体的に、中央部に位置する測定箇所 r=0mm では表面が粗くなっている。測定箇所 r=2mm や測定箇所 r=3mm においては、外側(r 方向)に向かって材料流動が見られる。

AFM による測定結果より、最大高さ粗さに対応する値として断面曲線の最大と最小との差を最大高さ粗さ相当値 R_{Ze} とする。Fig.3.6 に R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す。図より、圧縮率 e_c =13%では平滑化が進み、試験片表面は工具表面の R_{Ze} に近づいていることが分かる。しかし、 e_c =19%、20%と圧縮が進んでも R_{Ze} はほとんど変わらず、 e_c =19%、r=3mm では逆に e_c =13%よりも R_{Ze} が大きく表面が荒れている。これは圧縮率が大きく、r=3mm と外周部の材料流動が大きいところではカーボン膜が剥離し、金属接触が生じたためと考えられる。最も平滑化されたところで R_{Ze} =43nm であった(e_c =13%、r=3mm、半径方向)。

Fig.3.7 に R_{Ze} と測定箇所 r の関係を示す。図より、 e_c =13%、20%では r が大きいほど R_{Ze} が小さく平滑化が進んでいるが、 e_c =19%では r=1mm までは r が大きいほど R_{Ze} が小さいが、それ以上では逆に r が大きいほど R_{Ze} が大きくなっている。外周部の材料流動が大きいと

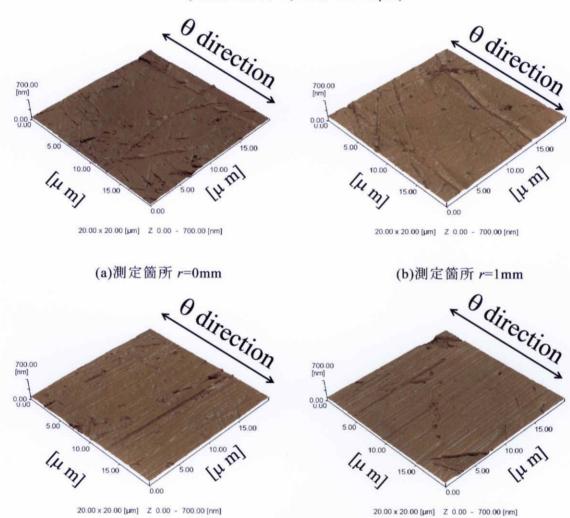
ころでカーボン膜の剥離による金属接触が起きていると考えられる.

Fig.3.8 に R_{Ze} の測定方向による違いを示す. 図より,中央部に近い測定箇所 r=1mm では 円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが,外周部の測定箇所 r=3mm では円周方向 よりも半径方向の方が R_{Ze} の値が小さくなっている. これは,材料流動が大きいところで は材料流動の方向への平滑度が大きいことを示している.



20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

Fig.3.4 試験片初期表面の AFM 像の例 (丹銅試験片, e_c =0%, SR=20 μ m)



(c)測定箇所 r=2mm

(d)測定箇所 r=3mm

Fig.3.5 圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例 (丹銅試験片、 e_c =13%、SR=20 μ m)

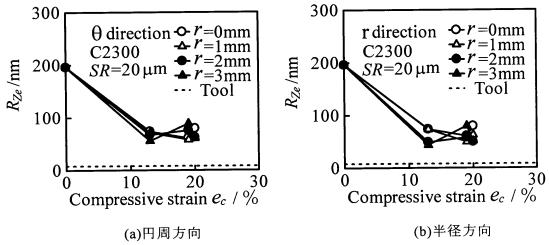


Fig.3.6 R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(丹銅試験片)

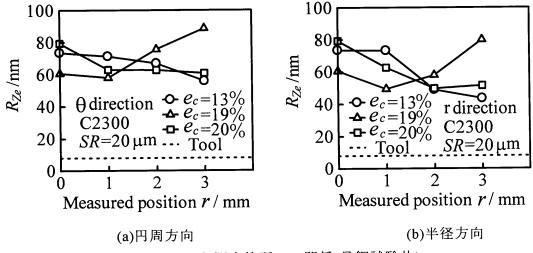


Fig.3.7 R_{Ze} と測定箇所 r の関係(丹銅試験片)

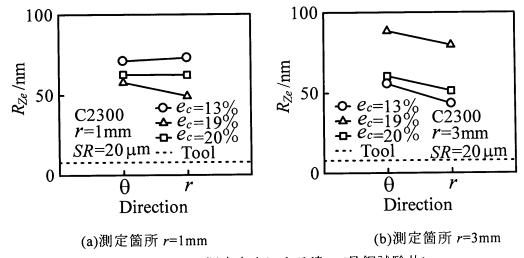


Fig.3.8 R_{Ze}の測定方向による違い(丹銅試験片)

3.2 アルミニウム引抜き材(A1050BD-H14)の圧縮加工による平滑化挙動

3.2.1 圧縮試験による変形抵抗曲線の測定

丹銅の場合と同様な方法で圧縮試験を行ってアルミニウム引抜き材の変抵抗曲線を求めた. Fig.3.9 にアルミニウム引抜き材の変形抵抗曲線を示す.

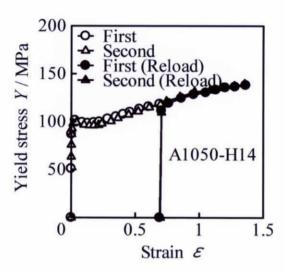


Fig.3.9 アルミニウム引抜き材の変形抵抗曲線

3.2.2 圧縮率と表面粗さの関係

Fig.3.10 に圧縮試験前後の試験片の外観を示す. 図より, 圧縮により表面が鏡面状になったことが分かる.

次に、表面粗さ計を用いて圧縮試験前後の工具表面および試験片表面の R_Z を測定した。 Fig.3.11 に最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係を示す。図より、 e_c =6%では R_Z の値は小さくなっているが e_c =23%では e_c =6%よりも大きくなっている。最も平滑化されたところで R_Z =68nm であった(e_c =6%).

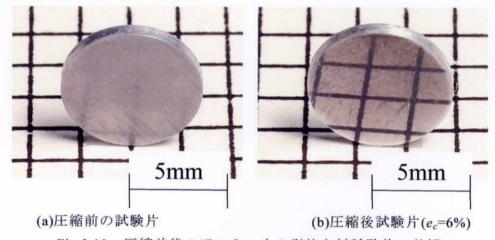


Fig.3.10 圧縮前後のアルミニウム引抜き材試験片の外観

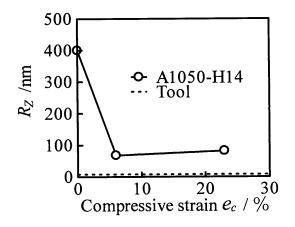


Fig.3.11 最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

3.2.3 各測定箇所における表面粗さ

AFMを用いて試験片の局所的な観察を行った結果を述べる。Fig.3.12に初期表面のAFM像を示す。Fig.3.13 に e_c =6%の AFM像を示す。図より,アルミニウム引抜き材の場合は測定箇所による表面の様子に大きな違いは見られない。

Fig.3.14 に R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す. 図より R_{Ze} の値も e_c =6%では小さくなっているが e_c =23%では e_c =6%よりも大きくなっている. これもカーボン膜の剥離が原因と考えられる. 最も平滑化されたところで R_{Ze} =51nm であった(e_c =6%, r=3mm, 半径方向).

Fig.3.15 に R_{Ze} と測定箇所 r の関係を示す. 図より、ばらつきはあるものの、おおむね r が大きい外周ほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られるが、大きな違いはないことが分かる.

Fig.3.16 に R_{Ze} の測定方向による違いを示す. 図より,中心部に近い測定箇所 r=1mm でも外周部の測定箇所 r=3mm でも円周方向と半径方向の R_{Ze} の差はほとんど見られない.

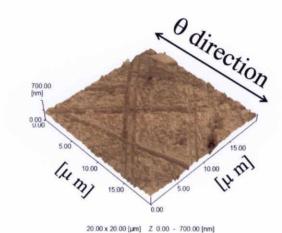
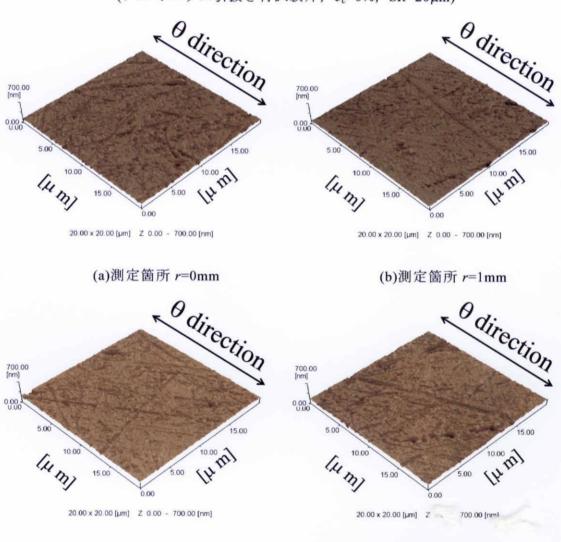


Fig.3.12 試験片初期表面の AFM 像の例 (アルミニウム引抜き材試験片, e_c =0%, SR=20 μ m)



(d)測定箇所 r=3mm Fig.3.13 圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例 (アルミニウム引抜き材試験片, e_c =6%, SR=20μm)

(c)測定箇所 r=2mm

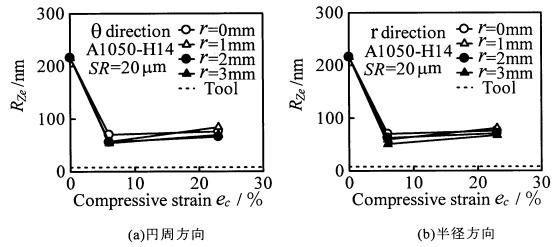


Fig.3.14 R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

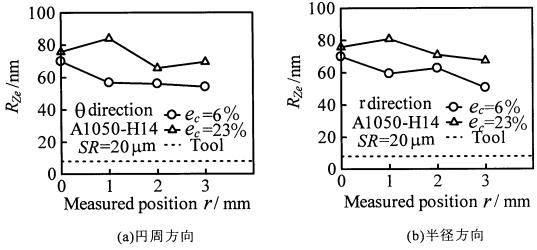


Fig.3.15 R_{Ze} と測定箇所 rの関係(アルミニウム引抜き材試験片)

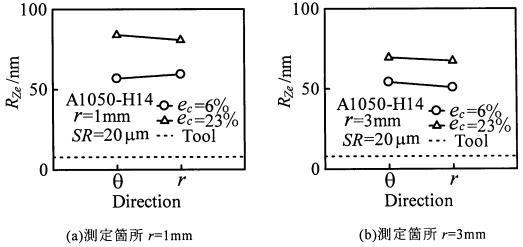


Fig.3.16 *R_{Ze}*の測定方向による違い (アルミニウム引抜き材試験片)

3.3 アルミニウム焼なまし材(A1050BD-O)の圧縮加工による平滑化挙動

3.3.1 圧縮試験による変形抵抗曲線の測定

丹銅の場合と同様な方法で圧縮試験を行ってアルミニウム焼なまし材の変抵抗曲線を求めた. Fig.3.17 にアルミニウム焼なまし材の変形抵抗曲線を示す.

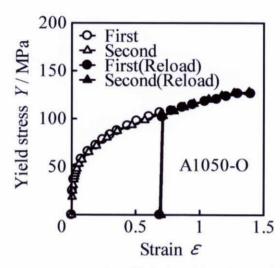


Fig.3.17 アルミニウム焼なまし材の変形抵抗曲線

3.3.2 圧縮率と表面粗さの関係

Fig.3.18 に圧縮試験前後の試験片の外観を示す. 図より, 圧縮により表面が鏡面状になったことが分かる.

次に、表面粗さ計を用いて圧縮試験前後の工具表面および試験片表面の R_Z を測定した。 Fig.3.19 に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の R_Z と圧縮率 e_c の関係を示す。図より、圧縮することで試験片表面の R_Z の値が小さくなり、工具表面の R_Z の値に近づくことが分かる。また、丹銅およびアルミニウム引抜き材では圧縮率 e_c が大きくなると R_Z が大きくなるが、この実験の範囲では e_c が大きくなるほど R_Z は小さくなる。しかし、 e_c の値が 30%になっても試験片の R_Z の値が工具の R_Z の値まで到達するには至らない。最も平滑化されたところで R_Z =52nm であった(e_c =30%)。

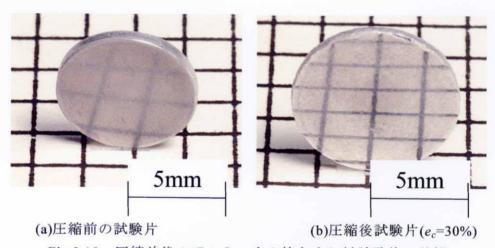


Fig.3.18 圧縮前後のアルミニウム焼なまし材試験片の外観

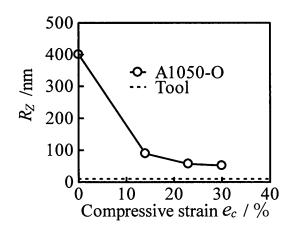


Fig.3.19 最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

3.3.3 各測定箇所における表面粗さ

AFMを用いて試験片の局所的な観察を行った結果を述べる。Fig.3.20 に初期表面のAFM像を示す。Fig.3.21 に e_c =30%の AFM像を示す。中央部に位置する測定箇所 r=0mm や測定箇所 r=1mm では表面が粗くなっている。測定箇所 r=2mm では外側に向かって材料流動が見られ、測定箇所 r=3mm ではより顕著な材料流動が見られ、平滑化が進んでいる。

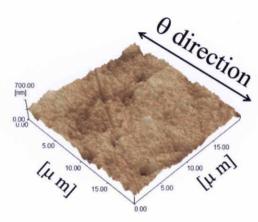
Fig.3.22 に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の R_{Ze} と圧縮率 e_c の関係を示す. 図より, 圧縮率 e_c が大きくなるほど R_{Ze} は小さくなっており, 平滑化が進むことがわかる. 特に r=2mm, 3mm の外周部分で R_{Ze} がより小さくなっており, 材料流動が大きいところで平滑化が進むことが分かる. 最も平滑化されたところで $R_{Ze}=19$ nm であった $(e_c=30\%, r=3$ mm, 半径方向).

Fig.3.23 に R_{Ze} と測定箇所 r の関係を示す. 図より, r が大きいほど R_{Ze} が小さくなっており, 外周部分の方が中央部分より平滑化が進んでいることが分かる. 中央部分では材料流動が小さく, 外周部分では材料流動が大きいことから, 材料流動が大きい場所ほど平滑効果が大きいと考えられる.

Fig.3.24 に R_{Ze} の測定方向による違いを示す. 図より,中央部分に近い測定箇所 r=1mm では円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが,外周部の測定箇所 r=3mm では円周方向よりも半径方向の R_{Ze} の値が小さくなっている. また,測定箇所 r=3mm では e_c が大きくなるほど円周方向と半径方向の差が広がっている. これより,材料流動が顕著なほど円周方向と半径方向の差が大きくなることが分かる.

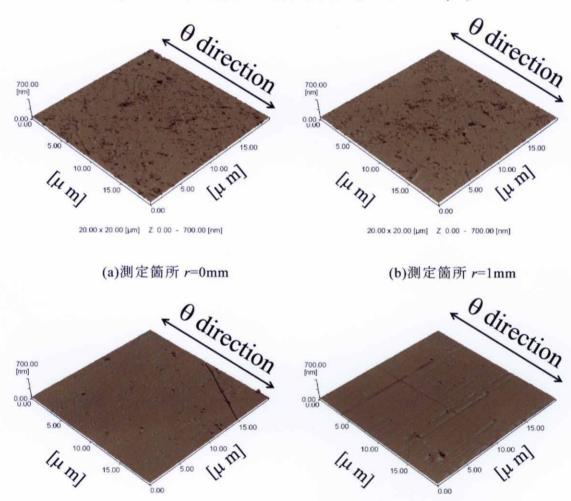
Fig.3.25 に丹銅とアルミニウムの最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係を示す. 図より, e_c =15%以下では材料の種類によらず平滑化されるが,それ以降は丹銅やアルミニウム引抜き材では表面が荒れてしまい平滑度が悪くなり,アルミニウム焼なまし材では平滑化が進行している. 3 種類の試験片の中ではアルミニウム焼なまし材が一番平滑化されていることが分かるこの差はカーボン膜の剥離が原因と考えられる.

Fig.3.26 に r=3mm, 半径方向における丹銅とアルミニウムの R_{Ze} と e_c の関係を示す. 最大高さ粗さ R_Z と同様に, $e_c=15$ %以下では材料の種類によらず平滑化されるが, それ以降はアルミニウム焼なまし材のみで平滑化が進行している.



20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

Fig.3.20 試験片初期表面の AFM 像の例 $(アルミニウム焼なまし材試験片, e_c=0\%, SR=20\mu m)$



(c)測定箇所 r=2mm

20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

(d)測定箇所 r=3mm

20.00 x 20.00 [µm] Z 0.00 - 700.00 [nm]

Fig.3.21 圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例 $(アルミニウム焼なまし材試験片, e_c=30\%, SR=20\mu m)$

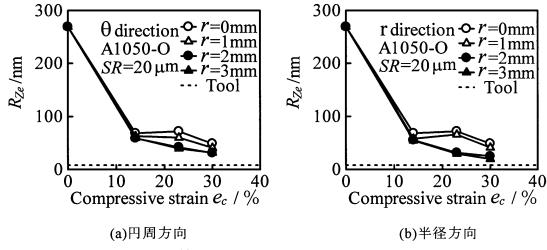


Fig.3.22 R_{Ze} と圧縮率 e_{c} の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

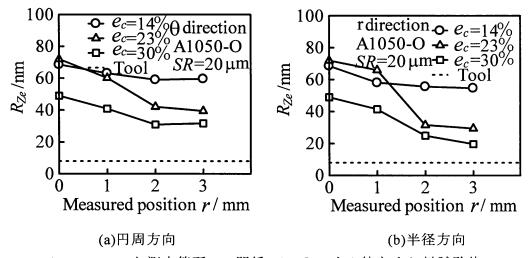


Fig.3.23 R_{Ze} と測定箇所 r の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

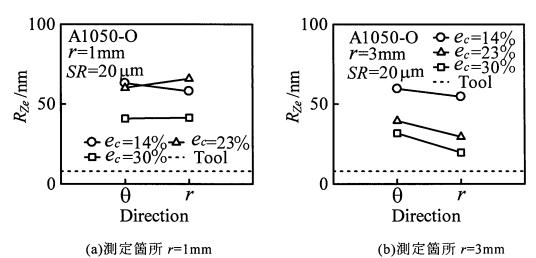


Fig.3.24 R_{Ze} の測定方向による違い (アルミニウム焼なまし材試験片)

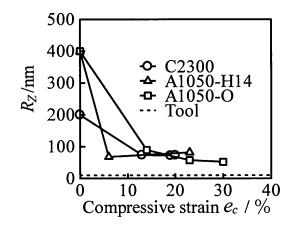


Fig.3.25 最大高さ粗さ R_Z と圧縮率 e_c の関係

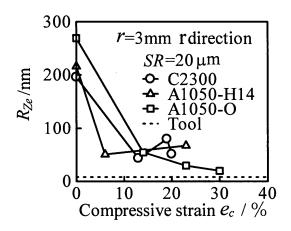


Fig.3.26 材料の違いによる比較(r=3mm, 半径方向)

3.4 工具表面のカーボン膜剥離面積率の測定

丹銅やアルミニウム引抜き材の圧縮試験では圧縮率が大きいところで平滑度が悪くなるという結果が得られた.この原因のひとつとしては、工具表面のカーボン膜の剥離が考えられる.丹銅やアルミニウム引抜き材の圧縮後の工具表面は、目視で分かるほどカーボン膜の剥離が見られた.これによって工具と試験片が金属接触し、試験片表面が粗くなっていることが予想される.そこで本節では、圧縮後の工具表面を調べた.

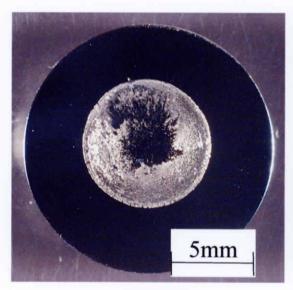
デジタルカメラ(FUJIFILM 製, FinPixS1Pro)を用いて工具表面の巨視的な観察を行った.また,工具表面のデジタルカメラ像を WinROOF (MITANI CORPORATION 製)に取り込み二値化処理を行った.しきい値はカーボン蒸着を施した工具表面と蒸着していない工具表面の色調 (濃度差) に着目し決定した.その様子を Fig.3.27 に示す.図は工具表面 (丹銅, e_c =19%)の画像である.図より,試験片の測定箇所 r=2mm, 3mm と対応する工具表面の剥離が顕著に見られる.ここで,試験片と工具の見かけ上の接触面積を A_A ,剥離部分の面積を A_P とし,剥離面積率 P を次のように求めた.

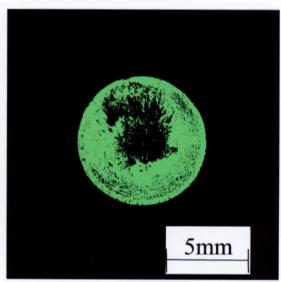
$$\gamma = \frac{A_P}{A_A} \times 100 \quad [\%] \tag{3.1}$$

Fig.3.28 に、丹銅、アルミニウム引抜き材、アルミニウム焼なまし材の圧縮試験におけ

る γ と e_c の関係を示す。図より、アルミニウム焼なまし材の圧縮試験では e_c が増加しても γ は 10%程度に収まっている。しかし、丹銅やアルミニウム引抜き材の圧縮試験では γ は 70% よりも大きくなっていることが分かる。

次に各試験片の最終荷重 P_{MAX} と圧縮後の試験片の面積 A_S より、平均面圧 P_{mean} を測定した。Fig.3.29 に平均面圧 P_{mean} と圧縮率 e_c の関係を示す。図より、丹銅はアルミニウムよりも平均面圧がかなり大きくなっており、アルミニウム引抜き材とアルミニウム焼なまし材では引抜き材の方が大きくなっている。つまり、丹銅やアルミニウム引抜き材の圧縮試験における測定箇所 2mm、3mm などの面圧が大きく、かつ材料流動が大きいところでは工具表面に施したカーボン微粒子が剥離して凝着が起き、表面が荒れてしまったものと考えられる。その結果、この時の試験片の測定箇所 r=2mm、3mm における R_{Ze} の値が大きくなったことに反映したと言える。なお、試みにアルミニウム引抜き材において表面の最大高さ粗さ R_Z が 40nm の工具を用いて潤滑剤を変更した実験を行った。使用した潤滑剤はカーボン膜、牛脂、菜種油の 3 種類である。Fig.3.30 に R_{Ze} と潤滑剤の関係を示す。牛脂の場合は初期表面よりも表面が荒れてしまい、菜種油の場合はカーボン膜に近い平滑度を得ることが出来るが、中心部分である r=0mm ではカーボン膜よりも R_{Ze} が大きい。この中ではカーボン膜が一番良い平滑度が得られることが分かった。





(a)二值化前

(b)二值化後

Fig.3.27 圧縮後の工具表面におけるデジタルカメラ像の一例 (丹銅, e_c =19%)

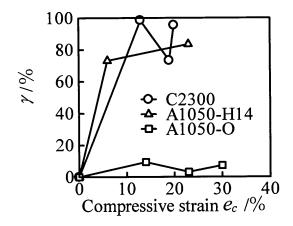


Fig.3.28 剥離面積率 γ と圧縮率 e_c の関係

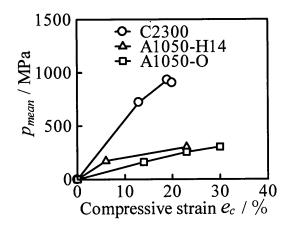


Fig.3.29 平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係

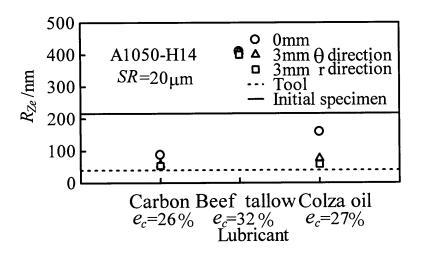


Fig.3.30 R_{Ze}と潤滑剤の関係

3.5 有限要素法(FEM)解析

圧縮試験における工具と材料の相対すべり量や測定箇所の面圧等を知るために有限要素法(FEM)によるシミュレーションを行った.解析には Virtual Forging(コマツ産機製)を使用し,変形抵抗は材料試験で得られた結果を用いた. Fig.3.31 に FEM 解析モデルと境界条件,Table.3.1 に FEM 解析条件を示す.円板状試験片は軸対称であるので Fig.3.31 を解析対象とした.工具と材料の相対すべり量 L_S は Fig.3.32 に示すように圧縮前の試験片表面が圧縮後に移動した際のその移動距離である.

本実験をシミュレートするためには、工具と試験片間の摩擦係数 μ を決定する必要がある。Fig.3.33 に示すように、未知の μ に初期値を与えて解析し加工荷重を求める。その荷重と実験で得られた荷重の比較を行う。 μ を 0.01 刻みで変化させ、両者の差の絶対値が最小になるように μ を決定した。

Fig.3.34 に実験と FEM の荷重 P と変位 S の関係を示す. なお, 実験の場合の変位 S は, 実験中の弾性変形を考慮して次の式より求めた.

$$S = Sr - DS \times \frac{P}{P_{MAX}} \quad [mm] \tag{3.3}$$

ここで、 $Sr: \nu$ コーダ出力の変位、DS:総弾性変形量(行程最後の ν コーダ出力の変位 – (圧縮前の試験片の高さ(実測値) – 圧縮後の試験片の高さ(実測値)), $P_{MAX}:$ 行程最後の荷重、P: 行程 Sr での荷重である.図より、アルミニウム引抜き材とアルミニウム焼なまし材において実験と FEM はよく一致している.

Fig.3.35 に丹銅試験片の変形の様子、Fig.3.36 にアルミニウム引抜き材試験片の変形の様子、Fig.3.37 にアルミニウム焼なまし材試験片の変形の様子を示す。図より、中心部の相対すべり量は小さく、外周部ほど相対すべり量が大きくなる傾向があることが分かる。また、各実験において最終荷重が一致するように摩擦係数μを決定したところ、アルミニウム焼なまし材では圧縮率 ec が異なっても摩擦係数はほとんど変わらないが、他の材料では圧縮率が大きいところで摩擦係数が大きくなっている。これはアルミニウム焼なまし材以外の材料では圧縮率の大きいところでカーボン膜の剥離が起き、潤滑状態が悪くなったことに対応している。

Fig.3.38 に FEM による丹銅の工具接触面の面圧 p と相対すべり量 L_s の関係を示す. 中央部である L_s =0mm の面圧が非常に大きく,わずかでも相対すべりが生じると面圧が小さくなる. L_s が大きいほど面圧が小さくなっている. また,圧縮率 e_c が大きくなるほど面圧が大きくなる.

Fig.3.39 に FEM によるアルミニウム引抜き材の工具接触面の面圧 p と相対すべり量 L_S の関係を示す. 丹銅と同様の傾向を示しているが, 丹銅よりも面圧は小さい.

Fig. 3.40 に FEM によるアルミニウム焼なまし材の工具接触面の面圧 p と相対すべり 量 L_S の関係を示す。他の材料と同様の傾向を示している。

Fig.3.41 に FEM による工具接触面圧pと相対すべり量 L_S の関係の材料による比較を示す。図より、丹銅はアルミニウムよりも面圧がかなり大きいことが分かる。アルミニウム引抜き材とアルミニウム焼なまし材では大きな違いは見られない。

Fig.3.42 に丹銅の R_{Ze} と FEM により得られた相対すべり量 L_S との関係を示す. 図より, 丹銅では R_{Ze} は e_c =13%と e_c =20%では相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる 傾向が見られるが、 e_c =19%では L_S が 0.04mm では小さくなっているが、それよりも L_S が 大きくなると逆に大きくなっている.これは、材料流動による平滑化の効果よりもカーボン膜の剥離の影響が大きくなるからだと考えられる.

Fig.3.43 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係の測定方向による違いを示す. 図より, e_c =13% においては相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} は小さくなるがその傾向は半径方向の方が大きい.

Fig.3.44 にアルミニウム引抜き材の R_{Ze} と L_S の関係を示す。アルミニウム引抜き材では e_c =6%では相対すべり量 L_S が大きくなると R_{Ze} が小さくなる傾向が見られるが, e_c =23%では相対すべり量 L_S による R_{Ze} の大きな変化は見られなかった。これは, e_c =23%では潤滑状態が良くなかったことが原因だと考えられる.

Fig.3.45 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係の測定方向による違いを示す. 図より, アルミニウム引抜き材の R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係は円周方向と半径方向でほとんど変わらないことが分かる.

Fig.3.46 にアルミニウム焼なまし材の R_{Ze} と L_S の関係を示す. アルミニウム焼なまし材では相対すべり量 L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られた.

Fig.3.47 に R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係の測定方向による違いを示す.図より,半径方向の方が相対すべり量 L_S の増加による平滑効果がより大きいことが分かる.これより,カーボン膜の剥離の影響が小さければ,相対すべり量が試験片表面の平滑度に大きく関わっていることが分かった.アルミニウム焼なまし材でも丹銅と同様に円周方向では相対すべり量が増加しても R_{Ze} はそれほど小さくはならないが,半径方向では相対すべり量が増加すると R_{Ze} の値が顕著に低下する.これより,円周方向よりも半径方向のほうがより材料流動による平滑効果が大きいことが分かる.

Fig.3.48 に R_{Ze} と L_S の関係の材料による比較を示す。A1100 と C1020 は去年までの帯板試験片の結果 $^{(9)}$ から求めた。図より,アルミニウム焼なまし材では R_{Ze} と L_S の関係は過去の帯板試験片と同様な傾向が見られるが,丹銅とアルミニウム引抜き材では $L_S = 0.25$ mmまでは帯板試験片と同様な傾向が見られたが,それよりも相対すべり量が大きくなると帯板試験片からはかけ離れた関係になっている。これより,アルミニウム焼なまし材では圧縮率を大きくし,相対すべり量が大きくなればより平滑化が進むと考えられる。また,丹銅やアルミニウム引抜き材においてもカーボン膜の剥離の影響が無ければ相対すべり量が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向が見られると考えられる。

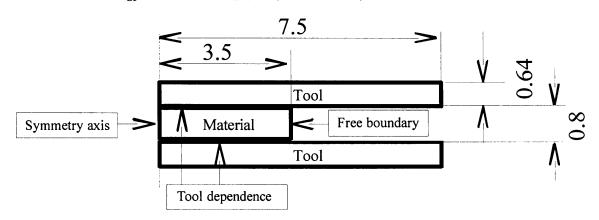


Fig. 3.31 FEM 解析モデルと境界条件

Table.3.1 FEM 解析条件

表面マーカ粒子数	208
マーカ粒子数	4626
節点数	3109
要素数	2986
工具節点数	4
要素表面節点数	244

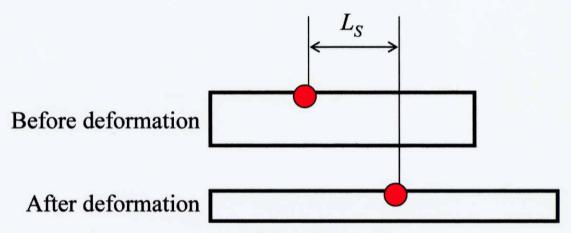


Fig.3.32 相対すべり量 L_S の定義

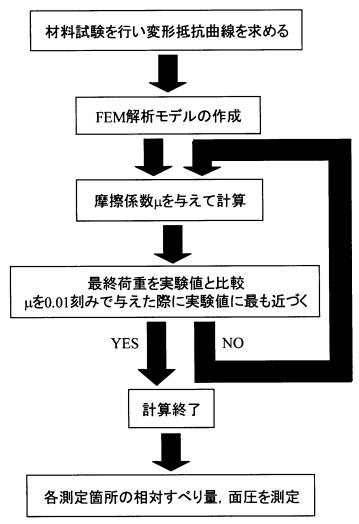


Fig.3.33 シミュレーション手順

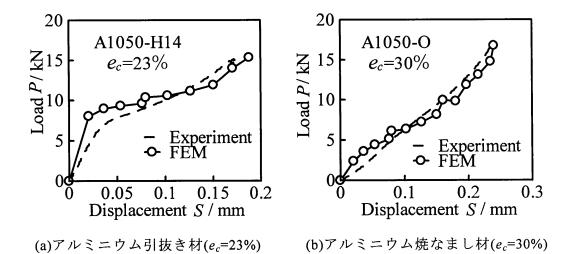


Fig.3.34 荷重 P と変位 S の関係

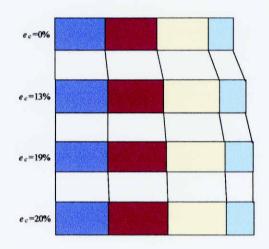


Fig.3.35 FEM による丹銅試験片の変形の様子 $(e_c=13\%:\mu=0.145,\ e_c=19\%:\mu=0.185,\ e_c=20\%:\mu=0.172)$

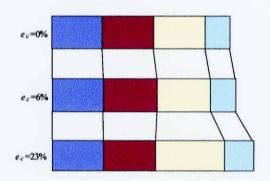


Fig.3.36 FEM によるアルミニウム引抜き材試験片の変形の様子 $(e_c=6\%:\mu=0.157,\ e_c=23\%:\mu=0.285)$

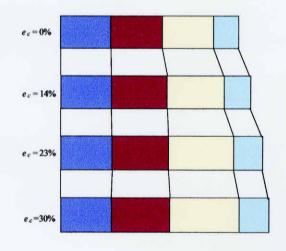


Fig.3.37 FEM によるアルミニウム焼なまし材試験片の変形の様子 $(e_c=14\%:\mu=0.25,\ e_c=23\%:\mu=0.26,\ e_c=30\%:\mu=0.248)$

三重大学大学院 工学研究科

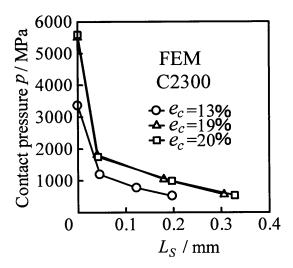


Fig.3.38 FEM による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係(丹銅試験片)

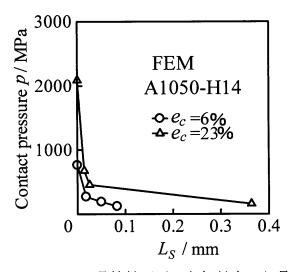


Fig.3.39 FEM による工具接触面圧 p と相対すべり 量 L_S の関係 (アルミニウム引抜き材試験片)

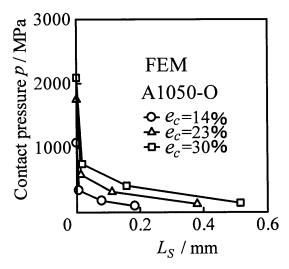


Fig.3.40 FEM による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係 (アルミニウム焼なまし材試験片)

三重大学大学院 工学研究科

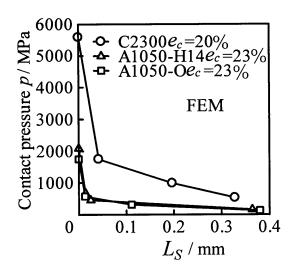


Fig.3.41 FEM による工具接触面圧 p と相対すべり 量 L_S の関係 (材料による比較)

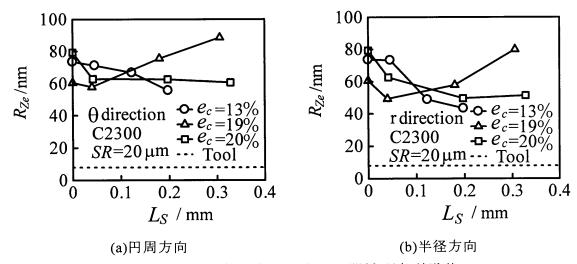


Fig.3.42 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係(丹銅試験片)

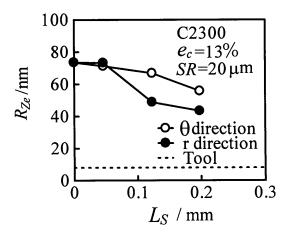


Fig.3.43 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係の測定方向による違い(丹銅試験片)

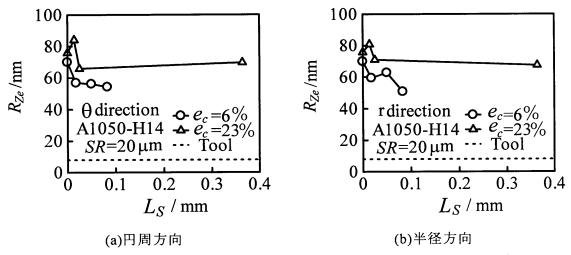


Fig.3.44 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係(アルミニウム引抜き材試験片)

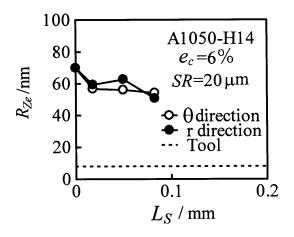


Fig.3.45 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係の測定方向による違い (アルミニウム引抜き材試験片)

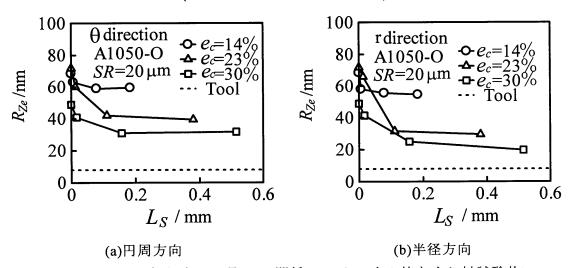


Fig.3.46 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係(アルミニウム焼なまし材試験片)

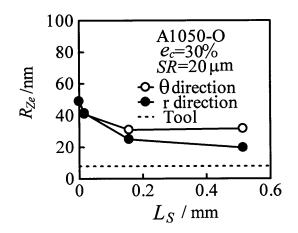


Fig.3.47 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係の測定方向による違い (アルミニウム焼なまし材試験片)

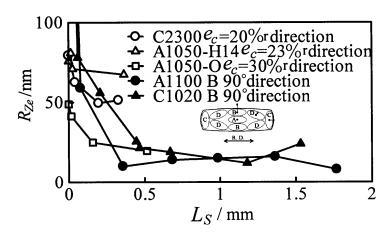


Fig.3.48 R_{Ze} と相対すべり量 L_S の関係(材料による比較)

3.6 本章のまとめ

本研究では, 丹銅, アルミニウムを素材とした圧縮試験を行い, 平滑化の条件を探った. また材料試験の結果を用い有限要素法 (FEM) によるシミュレーションを行った. その結果を以下に示す.

(1) 丹銅の圧縮試験

丹銅の圧縮試験では、相対すべり量 L_S が 0.2mm程度までは L_S が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなり、平滑化が進むが、それよりも相対すべり量が大きくなる e_c =19%, e_c =20%の測定箇所r=2mm,3mmでは R_{Ze} の値が e_c =13%の R_{Ze} の値よりも大きくなり、表面が荒れてしまった。これは、カーボン膜の剥離が原因であると考えられる。中央部に近い測定箇所r=1mmでは円周方向と半径方向の差は見られないが、外周部の測定箇所r=3mmでは円周方向よりも半径方向の方が R_{Ze} の値が小さくなる。最も平滑化されたところで R_{Ze} =43nmであった

 $(e_c=13\%, r=3mm, 半径方向)$.

(2) アルミニウム引抜き材の圧縮試験

アルミニウム引抜き材の圧縮試験では、 e_c =6%では相対すべり量 L_S が大きくなると R_{Ze}

が小さくなる傾向が見られるが、 e_c =23%では相対すべり量 L_S による R_{Ze} の大きな変化は見られなかった。これは e_c =23%では潤滑状態が良くなかったことが原因だと考えられる。また、円周方向と半径方向で平滑度に差がほとんどみられなかった。最も平滑化されたところで R_{Ze} =51nm であった(e_c =6%、r=3mm、半径方向).

(3) アルミニウム焼なまし材の圧縮試験

アルミニウム焼なまし材では圧縮試験によりナノメートルオーダーの平滑な表面を創成することができた。また相対すべり量が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなることから,相対すべり量が大きいほど平滑化されることが分かった。また,円周方向よりも半径方向の方がより材料流動による平滑効果が大きい。最も平滑化されたところで R_{Ze} =19nm であった(e_c =30%,r=3mm,半径方向).

(4) 丹銅, アルミニウム引抜き材, アルミニウム焼なまし材の中ではアルミニウム焼なまし材で最も平滑な面が得られた. また, 昨年までの帯板試験片との比較より丹銅やアルミニウム引抜き材においてもカーボン膜の剥離の影響が無ければ, 相対すべり量が大きくなるほど R_{Ze} が小さくなる傾向があると考えられる.

第4章 加工品表面のフラクタル解析

4.1 フラクタルの説明

フラクタル(fractal)とは、1975年にフランスの数学者 Mandelbrot⁽¹²⁾によって提唱された幾何学の概念であり、ラテン語の fractus が語源となっている。これは特徴的な長さを持たないような図形や構造、現象などの総称のことである。特徴的な長さを持たない図形とは、言い換えれば近似が難しい図形のことである。例えば車を直方体で近似できるようにフラクタル図形を何か単純な図形で近似することは出来ない。つまりここで言う特徴的な長さとは、その対象に付随する代表的な長さを指す。フラクタルの概念の基本は、「きわめて複雑な図形であってもそれはごく単純な図形の繰り返しによって出来上がっているとみなす」ことにある。

フラクタルには、自己相似フラクタルと自己アフィンフラクタルの 2 つの種類がある. 自己相似フラクタルとは、図形の一部を等方的に拡大すると全体と全く同じ形状になる厳密な自己相似フラクタルと、ほぼ同じ形状になる統計的な自己相似フラクタルのことを指す.自己相似フラクタルの例としては、厳密な自己相似フラクタルでは Fig.4.1 に示すコッホ曲線、Fig.4.2 のシルピンスキーのギャスケット、Fig.4.3 のカントール集合などが挙げられ、統計的な自己相似フラクタルでは、山や谷などの地表や海岸線等の地形、河川の蛇行や分岐の様子、肺や血管の構造、植物の構造が挙げられる(13).

これに対して自己アフィンフラクタルとは、図形の一部を等方的に拡大するのではなく 異方的に拡大したとき全体と全く同じ形状になる厳密な自己アフィンフラクタルと、ほぼ 同じ形状になるという統計的な自己アフィンフラクタルのことを指す。自己アフィンフラ クタルの例としては、金属表面プロフィルや Mandelbrot と Van Ness のフラクショナル・ ブラウン運動⁽¹⁴⁾が挙げられる。

このようにフラクタルは,拡大しても元の形状と同じように複雑であるため接線,接平面を引きようがなく,微分を定義できないという特徴を持つ.

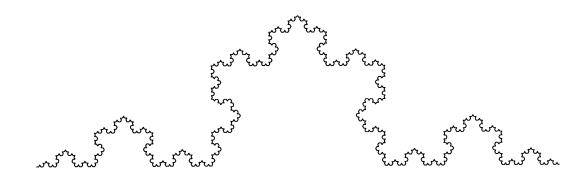


Fig.4.1 コッホ曲線

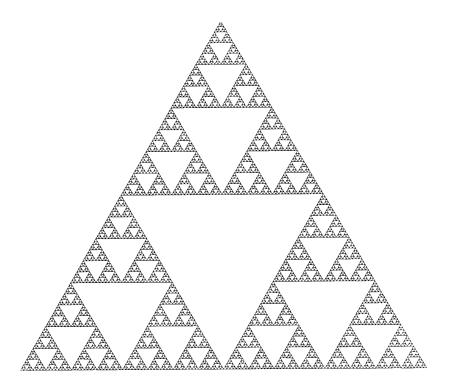


Fig.4.2 シルピンスキーのギャスケット



Fig.4.3 カントール集合

4.2 フラクタル次元の決定法

通常,フラクタル特性を定量化するのにフラクタル次元が用いられる.その物理的意味は扱う対象によって異なるので一般的な説明が困難であるが,直感的に説明すると「フラクタル次元が大きいとは曲線(輪郭を含む)や曲面の形状がより複雑であること」⁽¹⁵⁾ということであり、曲線、曲面の複雑性を示す指標である.

ユークリッド幾何学において、点は 0 次元、直線は 1 次元、平面は 2 次元、空間は 3 次元、そして相対論では空間は 4 次元となる⁽¹³⁾. これらの次元は全て整数であり、その数字は独立に選べる変数の数と一致する. しかしフラクタル次元は、非整数の次元を持つという特徴を持つ. その整数部はどの次元の空間内にあるのかを示し、小数部は図形の複雑さを示す.

これまでにフラクタル次元の測定法として各種方法が試されてきたが、確立されたものがない上、得られたフラクタル次元相互の理論的関係も明らかではない。そのため本研究では、対象表面の横断面形状を評価するために零点集合法を、縦断面形状を評価するためにパワースペクトル法を用いてフラクタル次元を求めた。

4.2.1 零点集合次元

零点集合とは、曲面 V(x,y)に対して $V(x,y)-V_0=0$ となるすべての点の集合、すなわちある物体の表面を基準面で切ったときの切り口の輪郭を指す。この方法は「表面が自己アフィンであっても面内等方性であれば得られる零点集合要素は自己相似となり、そのフラクタル次元は表面の次元より 1 だけ小さくなる」という原理に基づいている。ここで零点集合要素である周囲長と面積を測定すれば、フラクタル次元を求めることができる。Fig.4.4 に零点集合法の原理を模式図で示す。図に示す零点集合要素から零点集合次元を求めるためには次のような測度の関係を用いる。

一般に、物体の測度には次の関係が成立する.ここでいう測度とは1次元測度が長さ、2次元測度が面積、3次元測度が体積というように長さや面積を一般化した概念である.

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \tag{4.1}$$

ここで、L は長さ、A は面積、V は体積である。D 次元測度を持つフラクタル物理量を X とするとき式(4.1)は次式のように一般化できる $^{(13)}$.

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \propto X^{1/D} \tag{4.2}$$

零点集合要素の面積を A, 周囲長を X として、両対数グラフに表すと直線の勾配 α が得られる。したがって X は式(4.2)より次式で表すことができる。

$$X \propto A^{D/2} \tag{4.3}$$

したがって $D=2\alpha$ がフラクタル次元となる. 以降,零点集合法のフラクタル次元を D_2 で表すことにする.

なお零点集合法は、表面プロフィルがランダム性、一様性、等方性を持つときに有効であるとの指摘があり、金属表面は多少なりとも面内異方性を持つと考えられるが、本研究では面内等方性を仮定することにした.

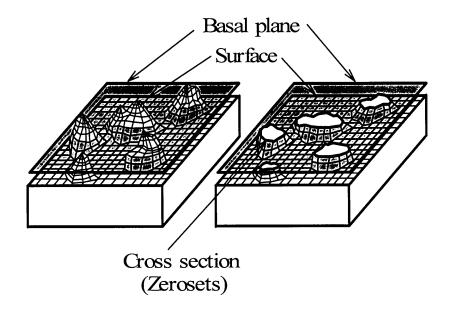


Fig.4.4 零点集合法の概要

4.2.2 パワースペクトル次元

パワースペクトル次元とは、表面断面曲線に対して FFT 解析を行い、得られるパワースペクトル密度 S_P と波長 λ との関係から得られる.ここでまずフーリエ変換 $^{(16)}$ の説明から行う.

与えられた信号の中に、どのような周波数の成分が含まれているかを調べるのが周波数分析である。精度の高い周波数分析を行うにはコンピュータによるディジタル処理が必要となり、コンピュータを使った周波数分析の基本となる考え方がフーリエ変換である。

アナログ非周期信号x(t)に対するフーリエ変換は、

$$X(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} x(t)e^{-j2\pi ft} dt \tag{4.4}$$

で定義される.ディジタル信号(離散信号)の周波数分析を扱う場合には,フーリエ変換 も離散値に対して定義されなければならない.

離散信号 $x_n = x(n)$ $\{n = 0, 1, 2, ..., n\}$ の離散フーリエ変換(DFT)は,

$$X_{k} = \sum_{n=0}^{N-1} x_{n} e^{-j2\pi nk/N}$$
 (4.5)

で定義される. X_k は複素フーリエ係数, n はデータ番号, N はデータ数である. 式(4.4)を分解して, 正弦波, 余弦波成分で表すと,

$$A_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n \cos(2\pi nk / N)$$
 (4.6)

$$B_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n \cos(2\pi nk / N)$$
 (4.7)

とおくと

$$X_k = A_k - jB_k$$

と書け, A_k , B_k と X_k の関係は,

$$\left|X_{k}\right|^{2} = A_{k}^{2} + B_{k}^{2} \tag{4.8}$$

となる. X_k の2乗値がパワースペクトルである.

式(4.4)を直接計算するとデータ数 N に対し N^2 回の複素計算を要し、コンピュータの計算時間がほぼ乗除算の回数に比例することから、妥当な精度で周波数分析結果を得るためには、かなりの時間がかかってしまう。そこで、式(4.4)を実際に計算するときには、高速フーリエ変換(FFT)を用いる。この方法は、1965 年に Cooley と Tukey によって発表された。高速フーリエ変換とは回転子と呼ばれるものの性質を使って複素乗算・加算の計算回数を減らし、離散フーリエ変換を高速に行う手法である。

次に、自己アフィンフラクタル曲線 $V_H(t)$ のスペクトル密度とフラクタル次元 D_{PS} の関係を、「フラクタルイメージ」 $^{(14)}$ より引用して以下に説明する.

自己アフィンフラクタルの $V_H(t)$ は fBm(Fractional Brownian Motion)関数であり、 $t \ \ \, V_H$ を各々異なる比率 H(0 < H < 1)で拡大したときに、その形状を統計的に繰り返す.つまり、 $t \ \, e^H$ 信になる $(V_H \rightarrow r^H V_H)$ 性質を持つ.

ここで、X(t)を fBm 関数とすると、適当にスケーリングされた関数

$$Y(t) = \frac{1}{r^H} X(rt) \tag{4.9}$$

は,r>0を満たすrについてXと統計的に同一の性質を持つ.よってスペクトル密度も同じはずである.

$$Y(t,T) = \begin{cases} Y(t) = \frac{1}{r^H} X(rt) & ,0 < t < T \\ 0 & それ以外 \end{cases}$$
 (4.10)

とし、以下のような表記法を用いる.

 $F_X(t,T)$, $F_Y(t,T)$ は各々X(t,T), Y(t,T)のフーリエ変換, $S_X(t,T)$, $S_Y(t,T)$ は X(t,T), Y(t,T)のスペクトル密度であり, F_Y は次式のように計算される.

$$F_{Y}(f,T) = \int_{0}^{T} Y(t)e^{-2\pi i f t} dt = \frac{1}{r^{H}} \int_{0}^{T} X(s)e^{-2\pi i f \frac{s}{r}} \frac{ds}{r}$$
(4.11)

この2番目の積分式において s/r を t で, ds/r を dt によって, それぞれ置き換えると明らかに

$$F_{Y}(f,T) = \frac{1}{r^{H+1}} F_{X}\left(\frac{f}{r}, rT\right) \tag{4.12}$$

である. よって、Y(t,T)のスペクトル密度は

$$S_{Y}(f,T) = \frac{1}{r^{2H+1}} \frac{1}{rT} \left| F_{X}\left(\frac{f}{r}, rT\right) \right|^{2}$$
(4.13)

となり、 $T \rightarrow \infty$ の極限を考えることは $rT \rightarrow \infty$ に等価なので、以下の結果を得る.

$$S_{Y}(f,T) = \frac{1}{r^{2H+1}} S_{X}\left(\frac{f}{r}\right)$$
 (4.14)

Y は X に適当なスケーリングを施したものなので、パワースペクトル密度は一致しなければならない. すなわち、

$$S_X(f,T) = \frac{1}{r^{2H+1}} S_X\left(\frac{f}{r}\right) \tag{4.15}$$

である. 形式的に f=1 とし、 1/r を再度 f で置き換えると、

$$S_X(f) \propto \frac{1}{f^{2H+1}} = \frac{1}{f^{\beta}}$$
 (4.16)

式 (4.16) を一般化し、スペクトル密度関数を $S_P(f)$ とすると

$$S_P(f) \propto \frac{1}{f^{\beta}} \tag{4.17}$$

となる. ここで信号波の進む速度が一定 ($f\lambda = const.$) ならば

$$S_p(\lambda) \propto \lambda^{\beta}$$
 (4.18)

のべき乗の形で表される.この $S_P(f)$ を波長 λ との両対数グラフ上にプロットすると勾配 β の直線状になる.この勾配 β と f(t)の持つフラクタル次元 D_{PS} には次の関係が与えられる.

$$D_{PS} = 2, \qquad 0 \le \beta < 1$$

$$D_{PS} = E + \frac{3 - \beta}{2} \quad 1 \le \beta \le 3$$

$$D_{PS} = 1, \qquad \beta < 3$$

$$(4.19)$$

ただし、E は変数の自由度を表し、本研究のような断面曲線の場合は1である.

4.3 AFM システムにおけるフラクタル次元の測定法

4.3.1 零点集合次元 Dz の測定法

フラクタル解析を行うための試料表面画像は、AFM を用いて走査範囲 SR が 20μ m× 20μ m (SR= 20μ m) の条件で求め、SPM に備えられているソフトウェアによって傾き補正を行った.補正方法は「X 方向の平均値」と「面フィット」の 2 つであり、それぞれ処理ボタンを押すことによってソフトウェアが自動的に行う.画像情報は必要に応じてノイズライン除去を行い、画像処理ソフトウェア WinROOF (MITANI CORPORATION 製)に取り込めるように TIFF 形式に変換した(Fig.4.5 (a)).この TIFF 形式画像を WinROOF で開き、グレー画像化する(Fig.4.5 (b)).そしてキャリブレーションを行い 1 画素の長さを設定する.キャリブレーションの値は、SR= 20μ m の場合 512×512 画素で表示されているので 1 画素の長さは 39.1nm である.そして、その画像を 2 値化し(Fig.4.5 (c))零点集合要素である面積 2π と周囲長 2π を得た.ここで零点集合要素が境界線に接しているデータと、面積が 2π 10 画素以下のデータは削除した.

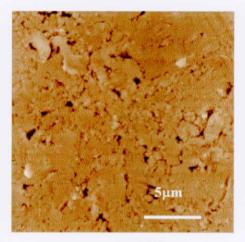
零点集合カット面をつくるには、色調が 256 階調で表されているグレー画像をしきい値で 2 値化しなくてはならない. この 2 値化のために AFM 画像の最大高さからのカット量を相対カット量として表すことにした. 相対カット量δは次式で表される.

$$\delta = \frac{256 - \text{しきい値}}{256} \times 100 \%$$
 (4.20)

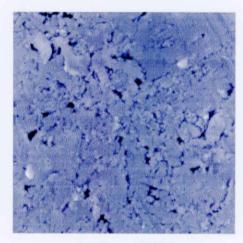
本研究で使用した相対カット量は18%,34%,49%,65%,80%の5種類である.

次に、得られた零点集合要素データを表計算ソフト Excel (Microsoft 製) に取込み、Fig.4.6 に示すように横軸を面積 Az、縦軸を周囲長 Lz として両対数グラフを作成した。両者の関係に対してべき乗近似を適用することで近似直線を求め、直線の勾配 α から零点集合次元 $Dz=2\alpha$ を得た。ここで、複数の AFM 画像から得られる零点集合要素データを 1 つのグラフにプロットすることで信頼性を高めた。

Fig.4.7 に相対カット量 δ を 18%, 34%, 49%, 65%, 80%で求めた通常の場合の両対数グラフと δ =34%だけの両対数グラフ, δ =49%だけの両対数グラフを示す. 図より, 相対カット量による違いはほとんどないことが分かる.



(a) AFM 画像



(b)グレー画像

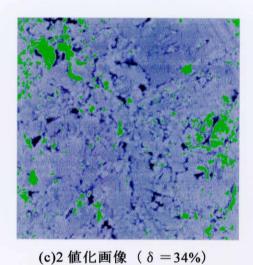


Fig.4.5 零点集合法における画像処理の流れ

(A1050-O, e_c =23%, r=1mm, SR=20 μ m)

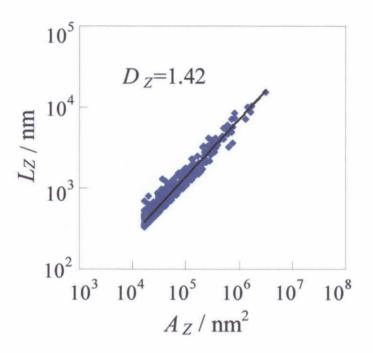
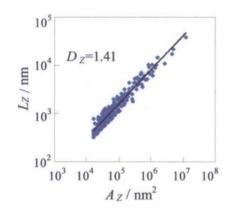
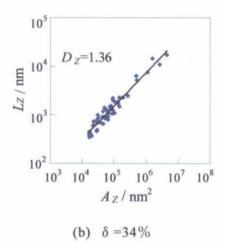
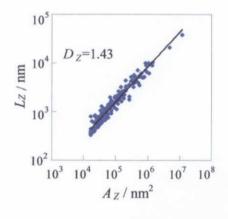


Fig.4.6 面積と周囲長の関係 (A1050-O, e_c =23%, r=1mm, SR=20 μ m)



(a) $\delta = 18\%$, 34%, 49%, 65%, 80%

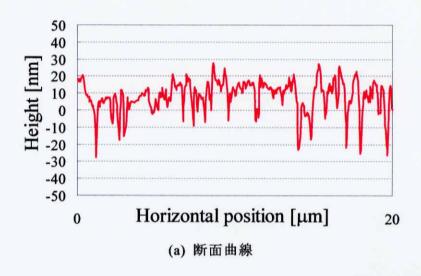


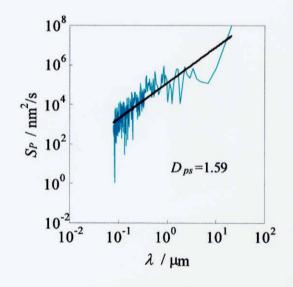


(b) δ =49% Fig.4.7 相対カット量の違いによる比較 (C2300, e_c =20%, r=3mm, SR=20 μ m)

4.3.2 パワースペクトル次元 Desの測定法

パワースペクトル法でも 4.3.1 節で説明した傾き補正を行った表面画像を用いる. パワースペクトル次元を求めるためにはまず断面曲線より離散的な高さ値を求める必要がある. そこで,その表面画像を AFM に備えられている断面形状解析ソフトによって断面曲線 (Fig.4.8(a))を表示する. 次に,Microsoft Visual Basic 6.0 を用いて上田 $^{(17)}$ が開発したプログラム「FFT.vbp」を FFT における窓関数を矩形窓からより周波数分解能力の良いハミング窓に改良した「改良 1 次元 FFT.vbp」を用いて高速フーリエ変換(FFT)を行い,波長 λ とパワースペクトル密度 S_P の関係を得た.このようにして得られたパワースペクトル密度 S_P と波長 λ から,4.2.2 節で説明した方法を用いてパワースペクトル次元 D_{PS} を算定した.本研究で用いた試験片には方向性があるため,円周方向と半径方向において D_{PS} を求めた.また,得られた D_{PS} は,各試料につき 3 回測定したものの平均値を採用した.





(b) Sp と λの関係 Fig.4.8 パワースペクトル法における処理の流れ (A1050-O, e_c=23%, r=1mm, SR=20μm)

4.4 零点集合次元 Dz による加工品表面の解析結果

零点集合法によって表面細部の凹凸形状について検討する。Fig.4.9 に工具表面および試験片表面の周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係の一例を示す。図より, L_Z と A_Z の関係が直線性を持っていることから,工具表面および試験片表面はフラクタル性を有するということが確認できる。

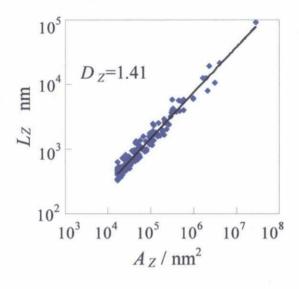
Fig.4.10 に丹銅の圧縮試験における Dz と圧縮率 e_c の関係,Fig.4.11 にアルミニウム引抜き材の圧縮試験における Dz と e_c の関係,Fig.4.12 にアルミニウム焼なまし材の圧縮試験における Dz と e_c の関係を示す.図より,いずれの試験片においても試験片初期表面の Dz は工具表面の Dz とほぼ等しく, e_c が増加しても有意な変化は見られず,測定箇所による大きな差も見られない.

Fig.4.13 に丹銅試験片の D_Z と R_{Ze} の関係,Fig.4.14 にアルミニウム引抜き材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係,Fig.4.15 にアルミニウム焼なまし材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係を示す.図より,いずれの試験片においても R_{Ze} と D_Z の間の有意な関係は見られず,平滑化による D_Z の変化は見られない.

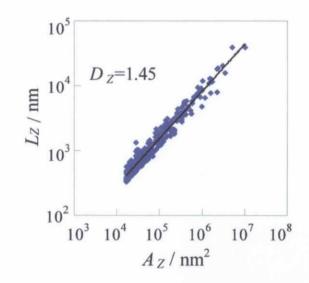
Fig.4.16 に丹銅試験片の Dz と L_S の関係, Fig.4.17 にアルミニウム引抜き材試験片の Dz と L_S の関係, Fig.4.18 にアルミニウム焼なまし材試験片の Dz と L_S の関係を示す. 図より, いずれの試験片においても相対すべり量が増加しても Dz の値に有意な変化は見られない.

Fig.4.19 に帯板試験片による実験 $^{(9)}$ も含めた D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す. 図より, D_Z の値に差はほとんど無いことが分かる.

この実験の範囲では平滑化による Dz の変化は認められなかったが、試験片初期表面の Dz と工具表面の Dz にほとんど差がなかったため、Dz は平滑化の影響を受けるのかどうか はっきりしない、試験片初期表面と工具の Dz が異なる条件での実験が必要である.



(a)工具表面



(b)試験片表面 (C2300, r=1mm) Fig.4.9 L_Z と A_Z の関係 (SR=20 μ m)

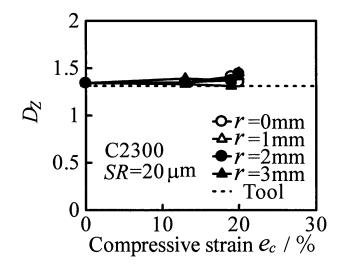


Fig.4.10 丹銅試験片の Dz と e_c の関係 (SR=20 μ m)

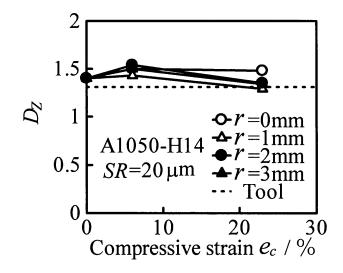


Fig.4.11 アルミニウム引抜き材試験片の Dz と e_c の関係 $(SR=20\mu m)$

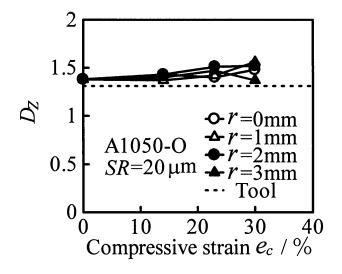


Fig.4.12 アルミニウム焼なまし材試験片の Dz と e_c の関係 $(SR=20\mu m)$

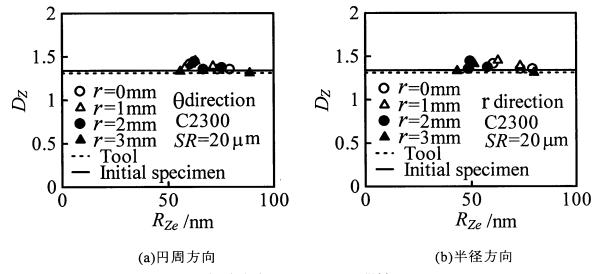


Fig.4.13 丹銅試験片の D_Z と R_{Ze} の関係 (SR=20 μ m)

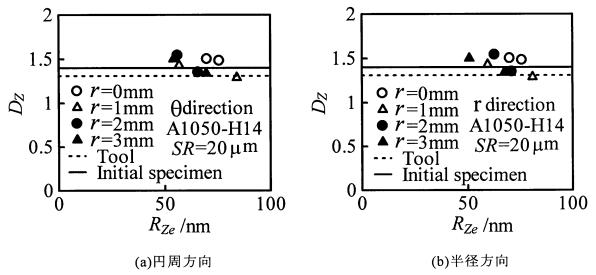


Fig.4.14 アルミニウム引抜き材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係 ($SR=20\mu m$)

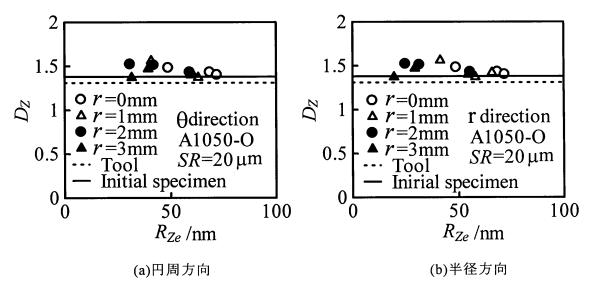


Fig.4.15 アルミニウム焼なまし材試験片の D_Z と R_{Ze} の関係 (SR=20 μ m)

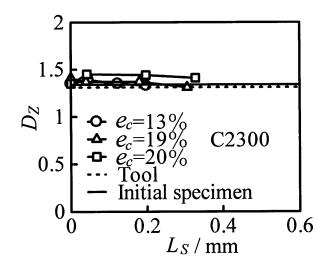


Fig.4.16 丹銅試験片の Dz と L_Sの関係 (SR=20μm)

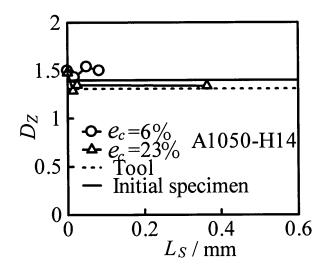


Fig.4.17 アルミニウム引抜き材試験片の Dz と L_S の関係 $(SR=20\mu m)$

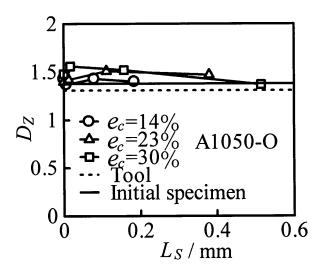


Fig.4.18 アルミニウム焼なまし材試験片の Dz と L_S の関係 $(SR=20\mu m)$

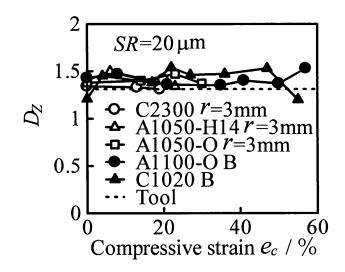


Fig.4.19 D_Z と圧縮率 e_c の関係(材料による比較)

4.5 パワースペクトル次元 D_{ss}による加工品表面の解析結果

次に、パワースペクトル法によって表面細部の凹凸形状について検討した。 Fig.4.20 に工具表面および試験片表面の断面曲線と FFT 解析結果の一例を示す。FFT 解析の結果、波長 λ とパワースペクトル Sp の関係が直線性を持っていることから、フラクタル性を有することが確認できる.

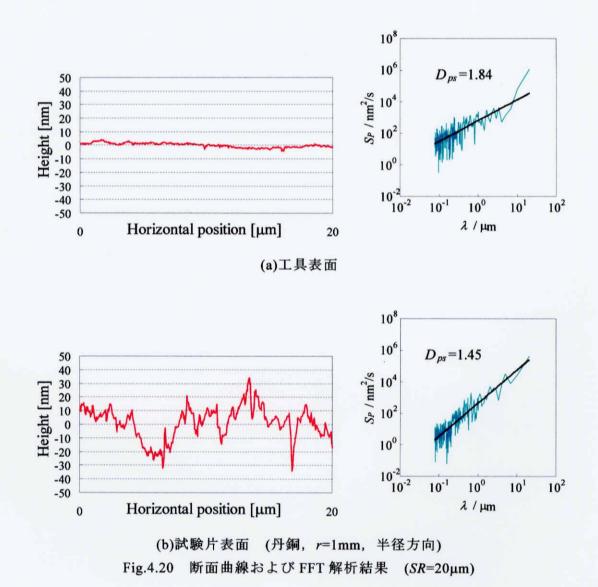
次に、Fig.4.21 に丹銅の圧縮試験における D_{PS} と e_c の関係、Fig.4.22 にアルミニウム引抜き材の圧縮試験における D_{PS} と e_c の関係、Fig.4.23 にアルミニウム焼なまし材の圧縮試験における D_{PS} と e_c の関係を示す。いずれも測定条件は SR=20 μ m、円周方向および半径方向である。図より、丹銅試験片、アルミニウム引抜き材試験片では圧縮前後で有意の変化は認められなかったが、アルミニウム焼なまし材試験片の半径方向では圧縮することで工具表面の D_{PS} に近づいた。

アルミニウム焼なまし材では圧縮率 e_c が大きくなると R_{Ze} が小さくなっていたが,他の材料ではカーボン膜の剥離により, e_c が大きいところで R_{Ze} が大きくなっていた.そこで各試験片において D_{PS} と R_{Ze} の関係を調べた.Fig.4.24 に丹銅試験片の D_{PS} と R_{Ze} の関係,Fig.4.25 にアルミニウム引抜き材試験片の D_{PS} と R_{Ze} の関係,Fig.4.26 にアルミニウム焼なまし材試験片の D_{PS} と R_{Ze} の関係を示す.図より,各試験片ともに半径方向では R_{Ze} の値が小さいほど D_{PS} が大きく,工具の D_{PS} に近づいている.円周方向においては丹銅試験片では R_{Ze} による影響は確認できないが,アルミニウム試験片においては半径方向ほど顕著ではないが,同様の傾向が見られる.これは,試験片表面が平滑化されていくに従って材料流動の方向に工具のフラクタル構造が転写されていき,工具の D_{PS} に近づいていったのではないかと考えられる.零点集合次元 D_Z でこのような傾向が見られなかったのは初期表面の D_Z がほとんど変わらなかったことと D_Z は面の平均的な次元を表していることの両方の影響ではないかと考えられる.

Fig.4.27 に丹銅試験片の D_{PS} と L_S の関係, Fig.4.28 にアルミニウム引抜き材試験片の D_{PS} と L_S の関係, Fig.4.29 にアルミニウム焼なまし材試験片の D_{PS} と L_S の関係を示す. 図より,各試験片ともに半径方向では圧縮することで工具表面の D_{PS} に近づくが, L_S については L_S

が増加すると工具表面の D_{PS} に近づくものがあるものの、はっきりとした傾向は認められない. 円周方向においても L_S が増加しても D_{PS} の値にはっきりとした傾向は認められない.

Fig.4.30 に帯板試験片による実験 $^{(9)}$ も含めた D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す。図より、丹銅とアルミニウム引抜き材の圧縮率が大きいところを除いて圧縮率 e_c が大きくなると工具表面の D_{PS} に近づく傾向が見られる。Fig.4.31 に帯板試験片による実験 $^{(9)}$ も含めた D_{PS} と R_{Ze} の関係を示す。図より、平滑化が進むほど工具表面の D_{PS} に近づく傾向が見られる。



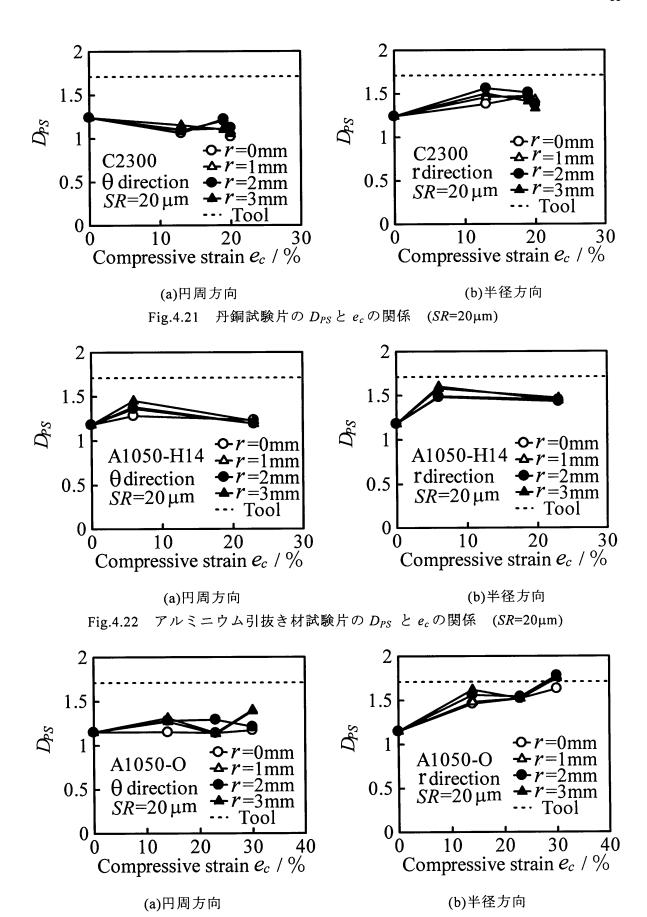
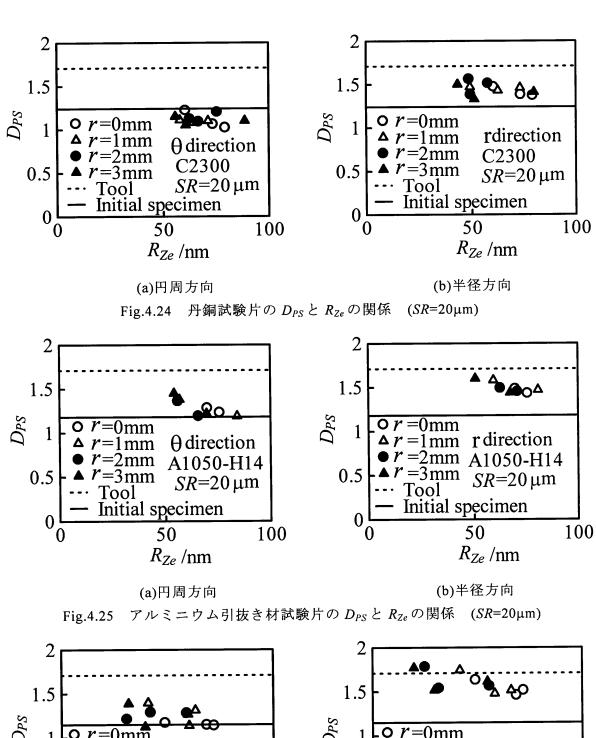


Fig.4.23 アルミニウム焼なまし材試験片の D_{PS} と e_c の関係 $(SR=20\mu\mathrm{m})$



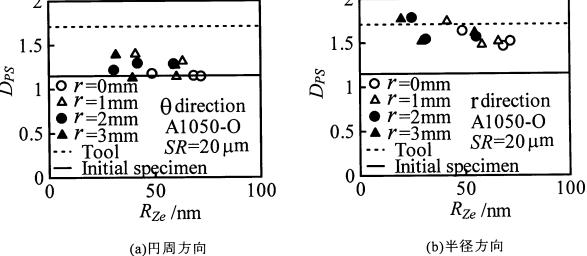


Fig.4.26 アルミニウム焼なまし材試験片の D_{PS} と R_{Ze} の関係 $(SR=20\mu m)$

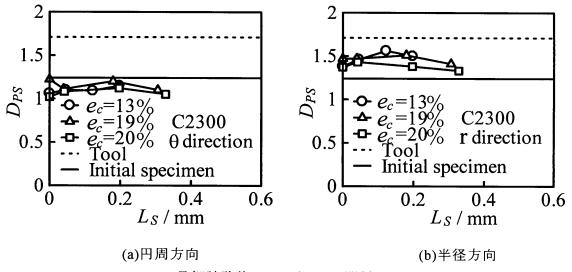


Fig.4.27 丹銅試験片の D_{PS} と L_S の関係 (SR=20 μ m)

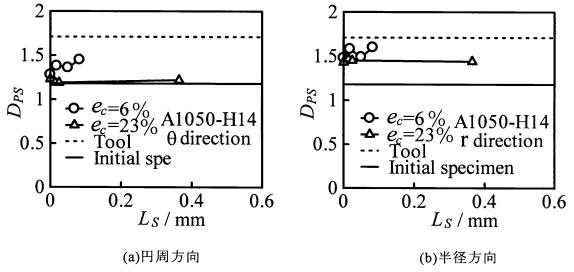


Fig.4.28 アルミニウム引抜き材試験片の D_{PS} と L_S の関係 $(SR=20\mu\mathrm{m})$

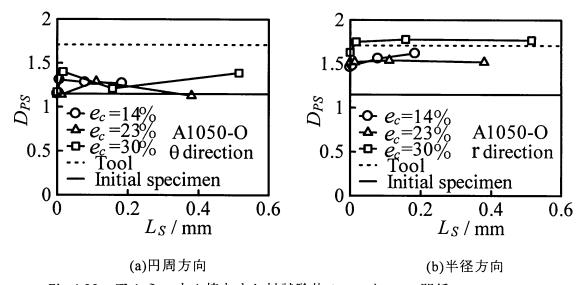


Fig.4.29 アルミニウム焼なまし材試験片の D_{PS} と L_S の関係 $(SR=20\mu\mathrm{m})$

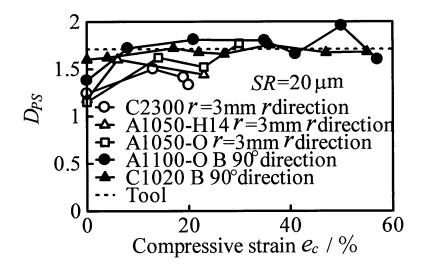


Fig.4.30 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(材料による比較)

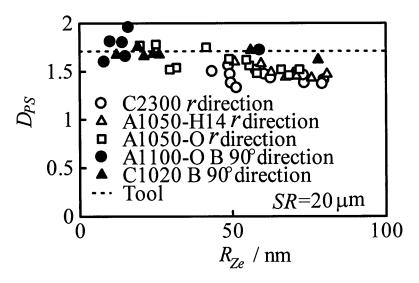


Fig.4.31 D_{PS}と R_{Ze}の関係(材料による比較)

4.5 本章のまとめ

本章では、零点集合次元およびパワースペクトル次元によって圧縮試験における試験片 表面および工具表面細部の微視的な凹凸形状を調べた.以下にその結果を記す.

- (1) 試験片表面および工具表面にべき乗則の関係が見られ、フラクタル性を持っていることが確認された.
- (2) いずれの試験片においても試験片表面の零点集合次元は、平滑化が進んでもほとんど変化が見られなかった. 試験片初期表面と工具表面の零点集合次元にほとんど差がなかったため、平滑化の影響をうけるのかどうかはっきりしない. 工具と試験片初期表面の零点集合次元が異なる条件での実験が必要である.
- (3) いずれの試験片においても半径方向のパワースペクトル次元は、平滑化が進むに従って工具表面のフラクタル次元に近づく傾向があることが分かった.

第5章 結論

本研究では、金属の塑性加工によるナノテクノロジー技術を開発することを目標として、 超平滑面創成挙動に及ぼす因子の一つである相対すべり量の違いによる平滑化への影響の 調査を行った.

そのためにまず, $R_Z = 10$ [nm]の超平滑な表面を持った工具を製作した.次に,試験片形状を帯板状から円板状に変更して丹銅,アルミニウム引抜き材およびその焼なまし材の圧縮試験を行った.そして,各試験片において最大高さ粗さ R_Z および AFM による R_{Ze} について調べ,試験片表面の平滑化挙動について明らかにした.また,表面細部の凹凸形状を調べるために,零点集合次元 D_Z ,パワースペクトル次元 D_{PS} を測定することでナノフラクタル構造についても調べた.

以下に本研究によって得られた結果を示す.

- (1)丹銅の圧縮試験では、相対すべり量が 0.2mm 程度までは相対すべり量が大きくなるほど 平滑化が進むが、 それよりも相対すべり量が大きくなるとカーボン膜の剥離により表面が 荒れてしまった.
- (2) アルミニウム引抜き材の圧縮試験では、圧縮率 e_c =6%と圧縮率が小さいところでは相対すべり量が大きくなるほど平滑化される傾向が見られるが、 e_c =23%と圧縮率が大きいところでは相対すべり量による平滑化の大きな違いは見られなかった.
- (3) アルミニウム焼なまし材の圧縮試験では、最も平滑な表面を創成することができた.最も平滑な場所で R_{Ze} (R_Z に相当する値):19nm(走査範囲 20μ m)であった.また、相対すべり量が大きいほど平滑化が進み、円周方向よりも半径方向の方がより材料流動による平滑効果が大きいことが分かった.
- (4) 丹銅, アルミニウム引抜き材, アルミニウム焼なまし材の中ではアルミニウム焼なまし材で最も平滑な面が得られた. また, 昨年までの帯板試験片との比較より丹銅やアルミニウム引抜き材においてもカーボン膜の剥離の影響が無ければ, 相対すべり量が大きくなるほど平滑化される傾向があると考えられる.
- (5)フラクタル解析を用いて試験片表面および工具表面細部の微視的な構造を調べた. その結果, フラクタル性を有することが確認された. いずれの試験片においても半径方向のパワースペクトル次元は平滑化が進むに従って工具表面のフラクタル次元に近づく傾向があることが分かった.

謝辞

本研究の遂行および論文作成にあたり、終始懇切なるご指導いただきました三重大学大学院工学研究科松井正仁助教授ならびに中村裕一助教授、また AFM 解析や実験手順、試料作成などについて多くの貴重な御指導をいただいた村井健一技術専門員に深く感謝いたします.

さらに、実験および考察に際して、惜しみないご協力をいただいたナノプロセッシング 研究室野崎健司氏ならびにナノプロセッシング研究室諸氏に深く感謝いたします.

参考文献

- (1) 近藤英二,岩本竜一,田中一平,皮籠石紀雄:精密切削加工されたAI合金の仕上げ 面性状に及ぼす工具磨耗の影響 (第2報),精密工学会誌論文集,72巻,7号(2006), 903-908
- (2) 伊韶輝, 進村武男: 磁気研磨法に関する開発研究, 日本機械学会東北支部 多賀城地 方講演会講演論文集 (2000), 139-140
- (3) 池浩: 楔形工具による押込み/摺動による平滑試験片の微視的平滑化挙動, 平成13年度 塑性加工春季講演会 (2001) 99
- (4) 王志剛: 塑性加工における超平滑面創成機構, 塑性と加工, 44 巻, 515 号 (2003), 1159-1163
- (5) 中村保,近藤一義,西ヶ谷知栄:塑性加工における表面平滑化条件,日本機械学会 論文集(C編),56巻,530号(1990),2794-2801.
- (6) 斉藤正美, 堂田邦明, 河合望: 内面しごき法によるアルミニウム押出パイプの表面 平滑化機構, 日本機械学会論文集 (C編), 58巻, 551号 (1992) 2299-2304
- (7) 村岡太郎,浅川基男,進藤聡,早川智也,照田伸二:アルミニウム合金棒材の超平滑化技術の開発,日本機械学会第 12 回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集 (2004),437-438
- (8) 服部清一:超精密鍛造品のナノ表面特性に関する研究, 平成 14 年度 修士論文 (三重大学大学院工学研究科), (2002)
- (9) 大野哲平:金属の塑性加工による超平滑面の創成,平成 16 年度 修士論文 (三重大 学大学院工学研究科),(2004)
- (10) 井川恵理:金属の圧縮加工における平滑化挙動,平成17年度 卒業論文(三重大学工学部),(2005)
- (11) 島津製作所:走査型プローブ顕微鏡 SPM-9500 シリーズ 本体取扱説明書 8-11
- (12) B.B.Mondelbrot: The Fractal Geometry of Nature (1982) 4-5
- (13) 高安秀樹: フラクタル, 朝倉書店, (1986) 1-18
- (14) ハインツ・オットーパイトゲン, ディートマーザウペ (山口昌哉監訳): フラクタル・イメージ, シュプリンガー・フェアラーク東京, (1990) 39-40
- (15) 黒﨑靖, 松井正仁: 塑性加工表面問題へのフラクタル手法の適用, 塑性と加工, 40 巻, 462号 (1999-7) 635-639
- (16) 中西章, 等 2 軸引張りを受けるアルミニウム薄板自由表面プロフィルのフラクタル 解析, 平成 7 年度修士論文(三重大学大学院工学研究科), (1996) 8
- (17) 上田康史, 材料表面のナノフラクタル構造, 平成 13 年度修士論文(三重大学大学院工学研究科), (2002) 72-73